

**UJI KATALITIK ASAM PARA TOLUENA
SULFONAT DAN CaO PADA REAKSI SINTESIS
BIODIESEL MINYAK KOPI**

SKRIPSI

Disusun untuk Memenuhi Sebagian Syarat Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Dalam Ilmu Kimia



Oleh : Robit Ikhwan

NIM : 1708036011

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO
SEMARANG**

2021

**UJI KATALITIK ASAM PARA TOLUENA
SULFONAT DAN CaO PADA REAKSI SINTESIS
BIODIESEL MINYAK KOPI**

SKRIPSI

Oleh

Robit Ikhwan

1708036011

**Untuk Memenuhi Syarat Melaksanakan Skripsi Strata Satu
Program Studi Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi
UIN Walisongo Semarang**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI WALISONGO SEMARANG**

2021

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Robit Ikhwan
NIM : 1708036011
Progam Studi : Kimia

Menyatakan bahwa skripsi ini yang berjudul:

UJI KATALITIK ASAM PARA TOLUENA SULFONAT DAN CaO PADA REAKSI SINTESIS BIODIESEL MINYAK KOPI

Secara keseluruhan adalah hasil penelitian atau karya sendiri, kecuali bagian tertentu yang dirujuk sumbernya.

Semarang, 26 Juni 2021

Pembuat

Pernyataan,



Robit Ikhwan
NIM. 1708036011

PENGESAHAN

Naskah skripsi berikut ini:

Judul : Uji Katalitik Asam Para Toluena Sulfonat dan CaO
Pada Reaksi Sintesis Biodiesel Minyak Kopi

Penulis : **Robit Ikhwan**

NIM : 1708036011

Jurusan : Kimia

Telah diujikan dalam sidang tugas akhir oleh Dewan Penguji Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo dan dapat diterima sebagai salah satu syarat memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia.

Semarang, 30 Juni 2021

DEWAN PENGUJI

Ketua Sidang

Hj. Malikhatul Hidayah, S.T, M.Pd
NIP. 19830415 200912 2006

Sekretaris Sidang

Zidni Azizati, M.Sc
NIP. 19901117 201801 2001

Penguji I

Dr. Eng. Annisa Adiwena Putri, M.Sc
NIP. 19850405 201101 2006

Penguji II

Ratih Rizqi Nirwana, S.Si., M.Pd.
NIP. 19810414 200501 2 003



Pembimbing I

Ika Nur Fitriani, S.Pd., M.Sc.
NIP. 199303312019032018

Pembimbing II

Mulyatun, S.Pd., M.Si.
NIP. 198305042011012008

NOTA DINAS

Semarang, 26 Juni 2021

Yth. Ketua Progam Studi
Kimia Fakultas Sains dan
Teknologi Universitas Islam
Negeri Walisongo
Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan
bimbingan, arahan, dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : Uji Katalitik Asam Para Toluena Sulfonat dan
CaO Pada Reaksi Sintesis Biodiesel Minyak
Kopi

Penulis : **Robit Ikhwan**

NIM : 1708036011

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah tersebut sudah dapat
diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN
Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum wr, wb.

Pembimbing I,



Ika Nur Fitriani, M. Sc

NIP. 199303312019032018

NOTA DINAS

Semarang, 26 Juni 2021

Yth. Ketua Progam Studi
Kimia Fakultas Sains dan
Teknologi Universitas Islam
Negeri Walisongo
Semarang

Assalamu'alaikum wr. wb.

Dengan ini diberitahukan bahwa saya telah melakukan
bimbingan, arahan, dan koreksi naskah skripsi dengan:

Judul : Uji Katalitik Asam Para Toluena Sulfonat dan
CaO Pada Reaksi Sintesis Biodiesel Minyak
Kopi

Penulis : **Robit Ikhwan**

NIM : 1708036011

Jurusan : Kimia

Saya memandang bahwa naskah tersebut sudah dapat
diajukan kepada Fakultas Sains dan Teknologi UIN
Walisongo untuk diujikan dalam Sidang Munaqosah.

Wassalamu'alaikum wr, wb.

Pembimbing II,



Mulyatun, M. Si

NIP. 198305042011012008

ABSTRAK

Pengembangan sumber daya alternatif diupayakan mengingat menipisnya cadangan bahan bakar minyak nasional melalui penggunaan biodiesel. Biodiesel memiliki sifat terbarukan, *biodegradable* dan *sustainability*. Biodiesel disintesis dari minyak ampas kopi dengan bantuan katalis asam para toluena sulfonat (PTSA) dan CaO 5 % wt minyak. CaO disintesis dari cangkang kerang dengan metode kalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam. Katalis CaO telah berhasil disintesis dengan metode kalsinasi. Hasil spektrum XRF menunjukkan cangkang kerang mengandung CaO sebesar 98,90 % dan elemen terbesar berupa Ca. Hasil difraktogram XRD menunjukkan puncak-puncak khas milik CaO pada sudut 2 θ : 32,20°, 37,17°, 53,94°, 54,0689°, 64,1847° dan 67,4193°. Hasil spektra FTIR menunjukkan peak-peak yang khas milik CaO yaitu adanya vibrasi ulur dari O-H hidroksida pada bilangan gelombang 3643,59 cm⁻¹, 3436 cm⁻¹, 1642 cm⁻¹, 1472,62 cm⁻¹, 3421,70 cm⁻¹ dan bilangan gelombang 553,48 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ikatan Ca-O. Minyak kopi diperoleh dari hasil ekstraksi sokhletasi dengan pelarut n-heksana selama 4 jam. Minyak yang didapat diuji kandungan asam lemak bebas (FFA) dan bilangan asam dengan metode titrasi dengan KOH. Biodiesel disintesis dengan rasio minyak: metanol sebesar 1:12 selama 2 jam. Pada tahap sintesis biodiesel digunakan dua tahap yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Tahap esterifikasi melibatkan katalis PTSA. Optimasi katalis PTSA 1 %, 2 % dan 3 % wt minyak diselidiki dalam reaksi esterifikasi. Tahap kedua berupa transesterifikasi dengan katalis CaO 5 % wt minyak. Hasil biodiesel yang paling optimal ditunjukkan dengan penambahan katalis PTSA 2 % dan CaO 5 % dengan nilai FFA 1,5059 %, bilangan asam 0,9460 mg KOH/g, yield biodiesel 35,52 %, % FAME 85,06 %, yield FAME sebesar 36,81 % dan densitas sebesar 0,888 g/mL. Analisis komposisi menunjukkan bahwa FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) biodiesel kopi dominan adalah C16:0 (Metil palmitat) dan C18:2 (Metil linoleat).

Kata kunci: Biodiesel, Minyak Kopi, PTSA, CaO

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Alhamdulillah, puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan karunianya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan skripsi ini sebagaimana mestinya. Shalawat serta salam selalu tercurah kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW.

Skripsi dengan judul **“UJI KATALITIK ASAM PARA TOLUENA SULFONAT DAN CaO PADA REAKSI SINTESIS BIODIESEL MINYAK KOPI”** disusun untuk memenuhi syarat guna memperoleh gelar sarjana dalam Ilmu Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.

Penulis menyadari bahwa dalam pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi tentunya tidak lepas dari dukungan, arahan, bimbingan, serta motivasi dari banyak pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. H. Ismail, M. Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Walisongo Semarang.
2. Hj. Malikhatul Hidayah, S. T., M. Pd, selaku Ketua Progam Studi Kimia UIN Walisongo Semarang.

3. Ika Nur Fitriani, M. Sc, selaku dosen pembimbing pertama yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam memberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis.
4. Mulyatun, M. Si, selaku dosen pembimbing kedua yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam meberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis dan selaku Dosen Wali yang senantiasa memberikan bimbingan, dukungan, serta motivasi kepada penulis selama belajar di UIN Walisongo.
5. Segenap Bapak dan Ibu Dosen Kimia yag sudah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, motivasi, dan pelajaran berharga bagi penulis.
6. Ibu Anita Karunia Z, S. Si, Ahmad Mughis, S. Pd. I, dan segenap asisten laboratorium kimia, yang telah berbagi pengalaman berharga bagi penulis selama penulis beraktivitas dan belajar sebagai asisten di Laboratorium Kimia UIN Walisongo.
7. Bapak Asrofin dan Ibu Ngaterum, selaku orang tua kandung penulis yang selalu memberi dukungan dan motivasi terutama kasih sayang serta do'a disetiap harinya.
8. Iلمي Mukaromah, S. H dan Salvi l'tisomah, S. E, selaku kakak-kakak kandung penulis yang selalu memberikan semangat kepada penulis

9. Teman-teman mahasiswa Kimia khususnya angkatan 2017 yang telah memberikan pengalaman selama penulis berproses di UIN Walisongo.

10. Semua pihak yang telah memberikan kontribusi dan dukungan yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa pengetahuan yang penulis miliki masih kurang sehingga laporan praktikum mandiri ini masih jauh dari kata kesempurnaan. Oleh, karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak guna untuk memperbaiki dan menyempurnakan pada penulisan berikutnya. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat, *Amin Ya Rabbal 'Alamin*.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Semarang, 26 Juni 2021

Penulis



Robit Ikhwan

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL..... i

PERNYATAAN KEASLIAN..... ii

PENGESAHAN.....	iii
NOTA DINAS.....	iv
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	11
C. Tujuan Penelitian.....	11
D. Manfaat Penelitian	12
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	13
A. Dasar Teori	13
1. Ampas Kopi.....	13
2. Biodiesel.....	16
3. Reaksi Sintesis Biodiesel	25
4. Katalis.....	35
5. Cangkang Kerang Darah (<i>Anadara Granosa</i>).....	42
6. Kalsium Oksida (CaO).....	43
7. Asam Para Toluena Sulfonat	45
B. Kajian Pustaka.....	46
BAB III METODE PENELITIAN.....	50

A. Alat dan Bahan	50
1. Alat.....	50
2. Bahan.....	50
B. Cara Kerja	51
1. Sintesis dan Karakterisasi CaO.....	51
2. Preparasi Sampel.....	51
3. Sintesis Biodiesel	52
4. Pemisahan Biodiesel dari Produk Samping.....	54
5. Analisis FAME dan Jumlah Biodiesel.....	54
6. Analisis FFA dan Bilangan Asam	55
7. Penentuan Densitas Minyak dan Biodiesel	56
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	58
A. Sintesis dan Karakterisasi CaO dari Cangkang Kerang	58
B. Ekstraksi Ampas Kopi.....	65
C. Analisis Sifat Minyak Kopi.....	66
D. Sintesis Biodiesel Minyak Kopi	70
E. Analisis kualitas biodiesel	81
BAB V PENUTUP.....	91
A. Kesimpulan.....	91
B. Saran	92
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul	Halaman
Tabel 2. 1	Kandungan Asam Lemak Minyak Ampas Kopi	15
Tabel 2. 2	Syarat Mutu Biodiesel Standar SNI 7182: 2015	24
Tabel 2. 3	Klasifikasi Kerang Darah	43
Tabel 2. 4	Sifat Kalsium Oksida	44
Tabel 4. 1	Hasil Analisis XRF Berdasarkan Logam	61
Tabel 4. 2	Hasil Analisis XRF Berdasarkan Elemen	61
Tabel 4. 3	Kandungan Minyak Kopi	68
Tabel 4. 4	Hasil FFA dan Bilangan Asam Hasil Esterifikasi	74
Tabel 4. 5	Hasil Analisis GC-MS	81
Tabel 4. 6	Hasil Analisis % Yield, % FAME dan Konversi FFA	85

Tabel 4. 7	Hasil Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam	87
Tabel 4. 8	Hasil Pengukuran Densitas	88

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul	Halaman
Gambar 2. 1	Reaksi Esterifikasi	27
Gambar 2. 2	Reaksi Transesterifikasi	31
Gambar 2. 3	Mekanisme Transesterifikasi Katalis Asam	36
Gambar 2. 4	Mekanisme Transesterifikasi Katalis Basa	37
Gambar 4. 1	Difraktogram XRD CaO Hasil Sintesis	59
Gambar 4. 2	Spektrum XRF Cangkang Kerang	60
Gambar 4. 3	Spektra FTIR Katalis CaO	62
Gambar 4. 4	Kromatogram GC-MS Minyak Kopi	69
Gambar 4. 5	Mekanisme Reaksi Esterifikasi Katalis Asam	73
Gambar 4. 6	Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Katalis CaO	78

Gambar 4. 7	Kromatogram GC-MS Biodiesel PTSA 1 %	82
Gambar 4. 8	Kromatogram GC-MS Biodiesel PTSA 2 %	83
Gambar 4. 9	Kromatogram GC-MS Biodiesel PTSA 3 %	84

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Judul
Lampiran 1	Diagram Alir Prosedur Kerja
Lampiran 2	Analisis Data
Lampiran 3	Dokumentasi Penelitian

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pengembangan sumber daya energi alternatif untuk menggantikan bahan bakar fosil menjadi semakin memikat karena permintaan energi yang tinggi, terbatasnya sumber daya bahan bakar fosil dan masalah lingkungan. Kebutuhan akan bahan bakar fosil semakin meningkat sehingga menyebabkan menipisnya cadangan bahan bakar (minyak bumi). Cadangan minyak bumi nasional berdasarkan data terakhir per 1 Januari 2018 berjumlah 7.512,2 MMSTB (*Million Stock Tank Barrels*) terdiri dari cadangan terbuka sebesar 3.154,3 MMSTB, cadangan diperkirakan sebesar 2.294,4 MMSTB dan cadangan harapan sebesar 2.063,5 MMSTB. Saat ini tren cadangan minyak bumi dari tahun 2004 - 2018 mengalami penurunan sekitar 19% (Usman Ediar et al., 2020). Menurut kementerian energi dan sumber daya mineral cadangan minyak bumi di Indonesia terus turun tiap tahunnya dimana pada tahun 2018 jumlahnya hanya tinggal 3156 juta barel (Migas, 2019). Salah satu energi alternatif yang ditawarkan adalah penggunaan biodiesel. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif

yang tidak beracun, terbarukan, *sustainability* dan *biodegradable*. Biodiesel adalah ester monoalkil dari asam lemak yang dihasilkan dari minyak nabati atau lemak hewani (Refaat et al., 2008). Ketika minyak nabati atau lemak hewani bereaksi secara kimia dengan alkohol, maka dapat menghasilkan *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) yang dapat digunakan sebagai biodiesel (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013). Biodiesel dapat digunakan sebagai pengganti diesel yang berasal dari minyak bumi karena biodiesel memiliki sifat yang mirip dengan minyak diesel (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013). Biodiesel dapat disintesis dari minyak biji jarak (Kolo, Siburian, and Lulan, 2016), minyak jelantah (Saini, 2017), minyak jagung (Guan et al., 2008) dan minyak kopi (Blinová, Bartošová, and Sirotiak, 2017).

Pemanfaatan limbah ampas kopi dapat menjadi alternatif untuk menghasilkan biodiesel. Melalui pengelolaan limbah menjadi biodiesel, secara tidak langsung menciptakan lingkungan yang bersih dan terhindar dari pencemaran. Limbah ampas kopi yang dibuang dapat bersifat racun bagi lingkungan karena adanya kandungan kafein, tanin, dan polifenol. Oleh sebab itu, limbah ampas kopi diolah dan dimanfaatkan lebih lanjut menjadi biodiesel (Mussatto et al., 2011).

Limbah ampas kopi mengandung karbon dapat mengakibatkan efek rumah kaca (Arthaviana, 2011). Dampak sederhana yang ditimbulkan dengan banyaknya limbah kopi adalah bau yang kurang sedap. Hal ini karena ampas kopi masih memiliki kadar air yang tinggi, yaitu 75-80% sehingga sangat mudah ditumbuhi oleh mikroba pembusuk (Simanihuruk, 2010; Purwanto and Diasmara, 2020). Ampas kopi mengandung gas metan dan karbondioksida, jika tidak diolah dan berakhir di tempat pembuangan, maka dapat memperburuk iklim udara bumi (*global warming*) (Cameron and O'malley, 2016).

Berdasarkan Pusat Data dan Sistem Informasi Kementerian Pertanian konsumsi kopi Indonesia sepanjang periode 2016-2021 diprediksi tumbuh rata-rata 8,22% per tahun (Unggul, 2012). Konsumsi kopi nasional Indonesia selama lima tahun terakhir (2014-2019) menunjukkan kenaikan yang konsisten, tahun 2015 (265.000 ton), tahun 2016 (273.000 ton), tahun 2017 (279.000 ton), tahun 2018 (285.000) dan tahun 2019 (288.000 ton). Jika diasumsikan bahwa jumlah penduduk Indonesia sebanyak 260 juta jiwa, maka rata-rata konsumsi kopi per kapita saat ini di Indonesia adalah 1,11 kg/kapita/tahun (Dianpratiwi, 2020). Menurut data Statistik Kopi Indonesia tahun 2017 yang diterbitkan oleh

Badan Pusat Statistik (BPS) Indonesia, disebutkan bahwa tiap 1,0 kg bubuk kopi yang siap digunakan dapat menghasilkan $\pm 0,68$ kg ampas kopi yang tidak terpakai (Habibullah 2018). Semakin tinggi konsumsi kopi, semakin tinggi pula jumlah limbah dari ampas kopi yang dihasilkan dari setiap kafe maupun rumah tangga (Limantara, Tedjokoesoemo, and Rizqy, 2019).

Minyak ampas kopi mengandung sejumlah besar senyawa organik berupa asam lemak. Kandungan minyak ampas kopi yaitu antara 15-25% (Silva et al. 2012). Komponen utama dari biodiesel tersebut adalah metil palmitat dan metil linoleat (Y. Liu, Tu, Knothe, et al., 2017).

Kandungan minyak pada ampas kopi robusta adalah 11 - 16%. Kadar minyak pada ampas kopi tersebut hampir setara dengan kandungan minyak pada kacang kedelai yang mempunyai kandungan minyak sebesar $\pm 19,6\%$ dan dominasi susunan asam lemak pada ampas kopi hampir sama dengan dominasi susunan asam lemak pada minyak kelapa sawit yang selama ini telah dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel (Towaha and Balittri, 2014).

Biodiesel disintesis melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam dan basa untuk mendapatkan hasil yang cukup tinggi (Sartika, 2015). Apabila kandungan asam lemak bebas dalam

minyak tinggi ($>5\%$), maka harus dilakukan reaksi esterifikasi terlebih dahulu untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dalam minyak (Mayasari Anisah, Suwandi, and Agustian, 2018).

Berdasarkan penelitian Hanif et al., (2019), nilai FFA (*Free Fatty Acid*) yang didapat dalam minyak ampas kopi sebesar 22,35% dan penelitian yang dilakukan oleh Mueanmas et al., (2019), konsentrasi FFA dari minyak ampas kopi adalah 16,5%. Kandungan persentase FFA dapat mempengaruhi hasil produksi FAME biodiesel dalam minyak (Hanif et al., 2019) dan dapat menyebabkan terbentuknya sabun, menurunkan rendemen metil ester dan mempersulit pemisahan metil ester dari produk sampingnya yaitu gliserol (Anggaeni, 2015). Penelitian yang telah dilakukan Burton, Fan, and Austic, (2010), berhasil menurunkan kadar asam lemak bebas pada campuran ampas kopi arabika dan robusta dari 16,3% menjadi 2,64% melalui proses esterifikasi dengan bantuan katalis.

Pemanfaatan katalis pada sintesis biodiesel berguna untuk meningkatkan laju reaksi (Tariq, Ali, and Khalid, 2012) dan menghasilkan yield biodiesel yang maksimal (Talebian-Kiakalaie et al., 2013). Katalis yang biasa digunakan pada reaksi esterifikasi adalah katalis

asam homogen seperti H_2SO_4 (Scholarworks and Raley, 2018). Namun, katalis asam sulfat dapat menyebabkan korosi dan masalah lingkungan (Lim, Kim, and Lee, 2020), menghasilkan limbah berbahaya yang dapat mencemari lingkungan, suhu reaksi tinggi, rasio metanol: minyak tinggi dan waktu reaksi yang lebih lama (Xie and Yang, 2011) sehingga perlu adanya katalis yang dapat menggantikan katalis H_2SO_4 .

Asam para toluena sulfonat (PTSA) memiliki potensi untuk digunakan sebagai pengganti katalis asam konvensional H_2SO_4 . Hal ini ditandai dengan kondisi reaksi stabil, ekonomis dan dapat meningkatkan nilai *yield* ester (J. Wang et al., 2013). Penggunaan katalis PTSA telah menerima banyak perhatian karena tidak beracun dan selektifitas yang tinggi (Ren et al., 2013). Asam tersebut memiliki kelebihan dibandingkan dengan asam sulfat karena reaksi yang dihasilkan lebih tidak reaktif, tidak korosif, dan suhu tidak mengalami kenaikan yang tajam sehingga pengontrolan suhu reaksi lebih mudah. PTSA berguna sebagai katalis untuk sejumlah reaksi esterifikasi (Pejov, Ristova, and Soptrajanov, 2011).

Do Nascimento et al., (2011) menggunakan katalis PTSA dalam reaksi esterifikasi sintesis biodiesel minyak kelapa sawit menghasilkan konversi asam palmitat sebesar

94,5 %. S.Y. Hayyan A, Alam MZ, Mirghani MES, Kabbashi NA, (2010) melakukan sintesis biodiesel minyak kelapa sawit dengan dua tahap berupa esterifikasi dengan katalis PTSA 0,75 % berat minyak pada reaksi esterifikasi suhu 60°C dengan rasio metanol: minyak (10:1), kecepatan pengadukan 400 rpm selama 60 menit dan katalis KOH 1%, pada reaksi transesterifikasi biodiesel menghasilkan yield biodiesel sebesar 76,62 %. Namun, pada reaksi esterifikasi dengan penambahan katalis PTSA 2 % berat minyak menghasilkan FFA dan bilangan asam yang terendah dengan FFA sebesar 0,18 % dan bilangan asam sebesar 0,085 mgKOH/g. Hayyan, Alam, and Mirghani, M E S., Kabbashi, N A., Hakimi, N I N M., Siran, Y M., Tahiruddin, (2010) menggunakan katalis PTSA 0,75 % berat minyak dengan satu tahap reaksi (esterifikasi) biodiesel minyak kelapa sawit menghasilkan yield biodiesel sebesar 96,00 % (Muanruksa, Winterburn, and Kaewkannetra, 2019) sehingga PTSA efektif untuk reaksi esterifikasi pada sintesis biodiesel (Sahay et al., 2013)

Minyak ampas kopi yang diperoleh dari proses esterifikasi dilanjutkan tahap transesterifikasi untuk disintesis menjadi biodiesel. Pada reaksi transesterifikasi, biodiesel disintesis dengan cara mengubah trigliserida menjadi metil ester dengan menggunakan alkohol dan

katalis (Rachman, 2016). Fungsi katalis pada reaksi tersebut untuk mempercepat suatu reaksi kimia dengan menurunkan energi aktivasi reaksi. Katalis yang digunakan dalam proses transesterifikasi terbagi dua bagian yaitu katalis homogen dan katalis heterogen (Poosumas et al., 2016).

Telah dilaporkan bahwa katalis homogen NaOH (Silva et al., 2012; Dewi Susiana, 2014; Najdanovic-Visak et al., 2017) dan katalis KOH (Kondamudi, Mohapatra, and Misra, 2008; Liu, Tu, Lu, et al., 2017; Andrić et al., 2019) sering digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak ampas kopi sebagai biodiesel. Namun, penggunaan katalis homogen pada reaksi transesterifikasi dapat bereaksi dengan asam lemak bebas sehingga akan membentuk sabun, sehingga akan menyulitkan pemisahan gliserol dan mengurangi yield biodiesel (Feng et al., 2010). Upaya untuk menghindari pemisahan katalis dan terbentuknya sabun dengan cara menggunakan katalis heterogen. Katalis heterogen memiliki kinerja tinggi dalam kualitas dan efisiensi dalam memproduksi biodiesel (Pathak, 2015). Kelebihan menggunakan katalis heterogen antara lain dapat digunakan kembali, tidak menghasilkan sabun, tidak korosif dan dapat mudah dipisahkan dari produk melalui filtrasi karena fasenya berbeda dengan produk (Kee Lam,

Teong Lee, and Rahman Mohamed, 2010). Salah satu jenis katalis heterogen yang digunakan pada reaksi transesterifikasi biodiesel adalah kalsium oksida (CaO) (Y. C. Sharma, Singh, and Korstad, 2011).

Kalsium oksida (CaO) merupakan oksida basa kuat yang memiliki aktivitas katalitik yang tinggi (Istiningum, Nurrokhmah, and Wahyuni, 2018) dan kekuatan basa tinggi (Kurniawan et al., 2014). CaO sebagai katalis basa memiliki kelarutan yang rendah dalam metanol, toksisitas rendah, ketersediaan yang melimpah, kondisi reaktan rendah dan masa katalis yang lama sehingga dapat menghasilkan yield ester tinggi. Namun, CaO memiliki kekurangan yaitu harga relatif mahal (Setiowati et al., 2014) sehingga perlu adanya suatu alternatif berupa pemanfaatan sumber bahan alami dan pengurangan limbah. Kalsium oksida (CaO) dapat disintesis dari beberapa bahan alam seperti cangkang telur ayam (Tahya, Tahya, and Kainama, 2019), cangkang ale-ale (Hairunisa, Shofiyani, and Syahbanu, 2019) dan cangkang kerang darah (Setiowati et al., 2014) dengan menggunakan metode kalsinasi.

Berdasarkan penelitian Setiowati et al., (2014), cangkang kerang darah yang dikalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam menghasilkan CaO sebesar 99,09% sehingga efektif digunakan sebagai katalis. Cangkang kerang darah

memiliki kandungan mineral kalsium karbonat (CaCO_3) yang tinggi dan mengandung CaO alami (Nurhayati, Akmal Mukhtar, 2014). Senyawa utama yang terkandung dalam cangkang kerang darah adalah kalsium karbonat sebesar 95,5 % (Putri Mekar Insani S and Rahmatsyah, 2021). Birla et al., (2012) menyatakan bahwa komposisi unsur cangkang kerang yang dikalsinasi pada 900°C selama 3,5 jam mengandung unsur Ca sebesar 98,35% sehingga cangkang kerang darah berpotensi sebagai katalis CaO pada reaksi transesterifikasi biodiesel.

Dang and Nguyen, (2018) menyatakan biodiesel dari minyak ampas kopi melalui proses dua langkah berupa esterifikasi dengan katalis H_2SO_4 dan transesterifikasi dengan metanol (v/v, 30%) dan NaOH (w/v, 1%) menghasilkan rendemen sebesar 89,2%. Kasirajan and Sime, (2017) melakukan esterifikasi minyak ampas kopi dengan katalis H_2SO_4 menghasilkan kadar asam lemak bebas sebesar 6,7%. Oleh karena itu, minyak ampas kopi perlu diproses dengan dua langkah dengan mengurangi kandungan FFA-nya terlebih dahulu dengan katalis asam dan kemudian dilanjutkan dengan katalis basa dalam pembuatan biodiesel.

Pada penelitian ini biodiesel ampas kopi robusta disintesis melalui reaksi esterifikasi dengan katalis asam

para toluena sulfonat dan reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*). Jenis katalis dan konsentrasi sangat penting untuk mencapai proses yang optimal (Issariyakul and Dalai, 2014) sehingga pada penelitian ini dilakukan dengan variasi konsentrasi katalis asam para toluena sulfonat pada reaksi esterifikasi untuk mengetahui pengaruh konsentrasi katalis terhadap nilai FFA biodiesel sehingga mendapatkan hasil yield biodiesel yang maksimal.

B. Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah karakteristik CaO dari cangkang kerang darah hasil sintesis?
2. Bagaimana pengaruh penambahan konsentrasi katalis PTSA terhadap nilai FFA biodiesel minyak kopi?
3. Bagaimana aktivitas katalis PTSA pada reaksi sintesis biodiesel minyak kopi?

C. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakteristik CaO dari cangkang kerang darah hasil sintesis
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan konsentrasi katalis PTSA terhadap nilai FFA biodiesel minyak kopi
3. Untuk mengetahui aktivitas katalis PTSA pada reaksi sintesis biodiesel minyak kopi

D. Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat dalam upaya pemanfaatan limbah cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*) sebagai sumber katalis CaO dan ampas kopi sebagai upaya pengembangan sumber energi alternatif yang terbarukan sehingga dapat meningkatkan nilai guna ampas kopi yang dapat dimanfaatkan sebagai biodiesel yang renewable yang dapat mengurangi limbah dan menekan emisi CO₂ dan penggunaan katalis asam p-toluenasulfonat dan CaO dapat menjadi pertimbangan dalam proses sintesis biodiesel.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Dasar Teori

1. Ampas Kopi

Kopi adalah salah satu potensi kekayaan alam Indonesia yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber bahan bakar alternative berupa biodiesel. Bagian dari tanaman kopi yang potensial untuk dijadikan bahan baku biodiesel setelah melalui pengujian secara psiko-kimia adalah ampas kopi (Kondamudi, Mohapatra, and Misra, 2008).

Ampas kopi bekas adalah produk limbah dari pembuatan kopi. Ampas kopi mengandung berbagai senyawa organik seperti minyak, asam lemak, lignoselulosa dan polisakarida. Minyak dari ampas kopi tidak dapat dimakan dan dapat digunakan sebagai bahan baku untuk produksi biodiesel (Mueanmas et al., 2019).

Ampas kopi adalah suatu residu dengan ukuran partikel yang halus dengan tingkat kelembapan yang tinggi (80-85%), beban organik, dan keasaman diperoleh selama pengolahan bubuk kopi mentah

dengan air panas atau uap pada pengolahan kopi instan (Mussatto et al., 2011).

Ampas kopi sebagai bahan baku biodiesel melalui proses ekstraksi pelarut untuk memperoleh minyak kopi dengan dikonversi menjadi biodiesel melalui transesterifikasi menunjukkan adanya metil palmitat dan metil linoleat sebagai komponen utama dari biodiesel kopi (Y. Liu, Tu, Knothe, et al., 2017). Kandungan asam lemak minyak ampas kopi berupa asam arakidat, asam palmitat, asam stearat, asam oleat dan asam linoleat sesuai tabel 2. 5.

Menurut Dang and Nguyen, (2018), minyak ampas kopi mengandung asam lemak seperti asam laurat, asam miristat, asam palmitat, asam palmitoleat, asam stearat, asam heptodecanoat, asam oleat, asam linoleat, asam linolenat, asam arachidat dan asam behenat. Komposisi asam lemak dari biodiesel ampas kopi yaitu 37,61% jenuh dan 62,27% asam lemak tak jenuh. Asam linoleat (18:2) adalah asam lemak yang dominan sebesar 28,71% sehingga minyak kopi diekstraksi dan dikonversi melalui reaksi transesterifikasi basa metil asam lemak ester dapat menghasilkan biodiesel (Andrić et al., 2019). Ekstraksi pelarut adalah teknik yang disukai untuk memisahkan

minyak dari ampas kopi karena metode ini sederhana, murah dan relatif cepat (Mueanmas et al., 2019).

Tabel 2. 6 Kandungan Asam Lemak Minyak Ampas Kopi

Asam Lemak	Kadar (%)	Rumus Molekul
Asam arakidat	2,6	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$
Asam palmitat	37,6	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Asam sterarat	7,2	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Asam Oleat	14,68	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Asam linoleat	37,9	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4(\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2)_2(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$

Sumber: Hanif and Utami, (2019)

Minyak nabati yang umumnya digunakan dalam pembuatan biodiesel merupakan trigliserida yang mengandung asam oleat dan asam linoleat. Lemak yang umumnya digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel yaitu trigliserida yang memiliki kandungan asam palmitat, asam stearat dan asam oleat (Syifa'uz Zahriyah, 2009).

Ampas kopi juga mengandung asam klorogenat (*chlorogenic acid*) sebanyak 478,9 mg/100 g, suatu senyawa yang merupakan gugus fenol yang mempunyai kemampuan sebagai antioksidan. Antioksidan tersebut dapat mengurangi kerusakan mesin akibat oksidasi, karena biodiesel terbuat dari minyak nabati yang memiliki asam lemak tidak jenuh yang tinggi (Towaha and Balittri, 2014).

2. Biodiesel

Biodiesel merupakan diesel alternatif berasal dari minyak, yang dapat disintesis melalui reaksi

transesterifikasi katalitik sehingga menghasilkan alkohol asam lemak ester alkil dan gliserol oleh produk. Hal ini ramah lingkungan karena *biodegradable* dan berasal dari sumber daya terbarukan dan menghasilkan emisi gas rendah jika dibandingkan dengan bahan bakar konvensional (Maria de Brito Alves et al., 2009). Bahan bakar terbarukan yang bersih ini dapat dihasilkan melalui proses kimia dari berbagai minyak dan lemak. Menurut ASTM (*American Society For Testing Material*) International biodiesel didefinisikan sebagai campuran rantai panjang ester monoalkil dari asam lemak (Boualdab, 2016).

Biodiesel merupakan *green fuel* karena sifatnya yang aman, dapat terbarukan, tidak beracun dan dapat terbiodegradasi dan biodiesel dapat dicampur dengan minyak diesel konvensional dan dapat digunakan pada mesin diesel konvensional tanpa atau dengan sedikit modifikasi. Selain itu penggunaan biodiesel dapat mengurangi emisi CO, CO₂, SO_x, NO_x dan hidrokarbon yang tidak terbakar sampai 50% (Hidayati, Ariyanto, and Septiawan, 2017). Biodiesel memiliki kemampuan untuk bekerja secara efisien dengan cara yang sama dengan bahan bakar fosil tradisional ketika bekerja dalam mesin pembakaran internal. Biodiesel memiliki angka cetane dan viskositas kinetik yang sama dengan

bahan bakar konvensional, namun biodiesel memiliki titik tuang, titik abu dan titik awan yang lebih tinggi dari bahan bakar konvensional (Mansir et al., 2017). Biodiesel memiliki pengaruh signifikan dalam mengurangi emisi mesin seperti hidrokarbon yang tidak terbakar (68%), partikular (40%), karbon monoksida (44%), sulfur oksida (100%), dan hidrokarbon aromatik polisiklik (80-90%), juga lebih aman dalam penyimpanan dan penanganannya, serta dapat dengan mudah diproduksi dalam jumlah domestik (Talebian-Kiakalaie et al., 2013).

Produksi biodiesel terutama dipengaruhi oleh suhu reaksi, jenis katalis (homogen atau heterogen, asam atau basa), metanol-minyak rasio molar, tingkat proses transesterifikasi dan kandungan pengotor berupa asam lemak bebas dan air (Ong et al., 2013).

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi produksi biodiesel yaitu:

a. Suhu

Suhu reaksi dapat mempengaruhi hasil yield dari biodiesel. Suhu yang tinggi dapat meningkatkan laju reaksi dan mengurangi waktu reaksi sebagai viskositas minyak. Namun jika suhu reaksi melebihi suhu optimum, maka dapat menurunkan yield biodiesel karena suhu reaksi

yang lebih tinggi mempercepat saponifikasi trigliserida dan menyebabkan menguapnya alkohol (Saini, 2017).

Transesterifikasi dapat terjadi pada suhu yang berbeda tergantung pada minyak yang digunakan. Suhu reaksi harus kurang dari titik didih alkohol untuk memastikan penguapan minimum. Konversi FFA dan biodiesel produksi meningkat dengan meningkatnya suhu. Viskositas produk berkurang dengan suhu meningkat. Semakin tinggi suhu reaksi dapat menghasilkan yield metil ester dan konversi FFA lebih tinggi. Rentang suhu yang paling sering digunakan adalah antara 25 ° C dan 150°C untuk katalis homogen, dan antara 40°C dan 200°C untuk katalis heterogen (Tshizanga, 2015).

b. Waktu reaksi

Peningkatan waktu reaksi dapat meningkatkan konversi ester dari asam lemak. Reaksi yang lambat hanya menghasilkan pencampuran penyebaran alkohol dan minyak, kemudian waktu optimum yang ditemukan untuk menghasilkan biodiesel yang tinggi yaitu 90 menit. Waktu yang lebih lama dari waktu optimum dapat menyebabkan turunnya yield

biodiesel karena sifat reversibel dari reaksi transesterifikasi menyebabkan hilangnya ester serta menyebabkan terbentuknya sabun (Saini, 2017).

c. Rasio molar metanol dan minyak

Rasio molar dipengaruhi oleh jenis katalis yang digunakan (heterogen, homogen dan enzim). Hasil biodiesel meningkat dengan meningkatnya rasio molar alkohol / minyak selama proses. Perbandingan molar stoikiometri metanol: minyak adalah 3:1 dapat membantu mendorong reaksi ke arah penyelesaian dan mendapatkan lebih banyak produk. Rasio molar berlebihan alkohol: minyak dapat memisahkan gliserol karena ada peningkatan kelarutan campuran. Oleh karena itu, ideal rasio alkohol: minyak harus dibentuk secara empiris. Konversi biodiesel berbanding lurus dengan rasio molar minyak / alkohol. Rasio alkohol: minyak optimal bervariasi dengan kualitas minyak dan tipe yang digunakan. *Overloading* metanol akan menonaktifkan katalis dan akibatnya mendukung reaksi mundur dari proses transesterifikasi (Tshizanga, 2015). Laju reaksi meningkat ketika metanol yang digunakan

berlebih. Rasio volumetrik optimum dari metanol/etanol minyak untuk menghasilkan yield biodiesel tinggi yaitu hampir 99,5% menggunakan rasio 1:6 minyak/metanol (Saini, 2017).

d. Jenis dan jumlah katalis

Pemilihan katalis tergantung pada sejumlah faktor: jenis bahan baku (minyak nabati atau *nonedible*), kondisi operasi (suhu dan tekanan), diperlukan aktivitas katalitik (area permukaan yang tinggi), dan biaya dan ketersediaannya. Reaksi transesterifikasi sangat tergantung pada berat katalis, yang pada gilirannya mempengaruhi hasil. Peningkatan yang cukup dalam hasil konsentrasi katalis dalam peningkatan jumlah situs aktif dan dengan demikian peningkatan hasil metil ester (Saini, 2017).

Pada proses transesterifikasi, jumlah dan jenis katalis yang dibutuhkan tergantung pada kualitas minyak atau lemak, alkohol dan metode yang diterapkan untuk proses tersebut. Untuk bahan awal yang murni, katalis homogen tidak cocok digunakan sebagai katalis pada transesterifikasi karena memiliki kemungkinan besar dapat terjadi proses saponifikasi. Yield biodiesel biasanya meningkat dengan meningkatnya jumlah katalis karena ada ketersediaan situs yang lebih aktif dengan penambahan katalis dengan jumlah yang lebih

besar dalam proses transesterifikasi (Tshizanga, 2015).

e. Pencampuran intensitas

Pencampuran kedua jenis reaktan harus optimum untuk merangsang kontak antara kedua bahan bereaksi untuk membuat reaksi transesterifikasi berlangsung. Jika minyak dan alkohol tidak tercampur sepenuhnya dan reaksi dapat berlangsung hanya dalam wilayah antarmuka antara cairan, maka reaksi transesterifikasi menjadi lambat (Saini, 2017).

f. Asam lemak bebas dan kadar air

Asam lemak bebas adalah hasil degradasi dari trigliserida yang dibebaskan dari proses hidrolisis lemak. Asam lemak bebas yang tinggi lebih dari 1% b/b, akan menyebabkan pembentukan sabun dan pemisahan produk yang sulit, serta hasil yield dari biodiesel rendah. Kandungan air dalam minyak habis pakai mempercepat reaksi hidrolisis dan secara bersamaan mengurangi jumlah formasi ester (Saini, 2017).

Asam lemak bebas atau FFA (*Free Fatty Acid*) menentukan kelangsungan reaksi minyak untuk proses transesterifikasi. Air dapat

mencegah konversi FFA untuk ester dari mencapai penyelesaian. Selain air, sesedikit 0,1 wt%, mungkin menyebabkan penurunan yield metil ester. Selama reaksi transesterifikasi, keberadaan air menyebabkan efek negatif lebih dari FFA. Ketika bahan baku mengandung persentase tinggi FFA atau air, FFA memainkan peran penting dalam beberapa parameter penting biodiesel seperti *cetane number*, stabilitas oksidasi dan aliran sifat dingin (Tshizanga, 2015). Biodiesel didapatkan dari ekstraksi minyak dengan proses degumming dan langsung digunakan untuk bahan bakar dan bisa juga digunakan melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi dalam bentuk ester (Susilo, Damayanti, and Izza, 2017). Syarat mutu biodiesel standar SNI 7182: 2015 dapat dilihat di tabel 2. 2.

Tabel 2. 7 Syarat Mutu Biodiesel Standar SNI
7182: 2015 (BSNi, 2015)

No.	Parameter	SNI 7182:2015
1	Massa jenis pada 40°C (Kg/m ³)	850-890
2	Viskositas kinematik 40°C (cSt)	2,3-6,0
3	Angka setana	Min 51
4	Air dan sedimen (% volume)	Maks 0,05
5	Angka asam (mg-KOH/g)	Maks 0,5
6	Gliserol bebas (% massa)	Maks 0,02
7	Gliserol total (% massa)	Maks 0,24

3. Reaksi Sintesis Biodiesel

Reaksi pembentukan biodiesel dapat dilakukan dengan esterifikasi menggunakan katalis asam dan transesterifikasi menggunakan katalis basa (Colombo, Ender, and Barros, 2017).

a. Reaksi Esterifikasi

Kandungan FFA yang tinggi dalam bahan baku dapat mendorong pembentukan sabun melalui reaksi saponifikasi, yang menyebabkan penurunan hasil dan kesulitan dalam pemisahan dan pemurnian biodiesel.

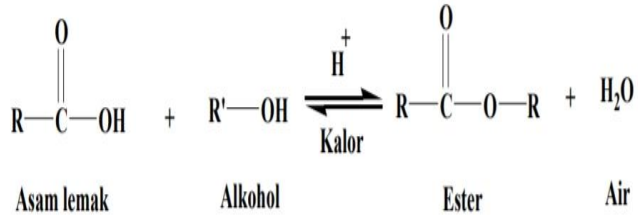
Oleh karena itu, dalam sistem di mana kandungan FFA tinggi terdapat, diperlukan langkah pretreatment tambahan untuk mengurangi tingkat nilai FFA. Perlakuan awal FFA dapat dilakukan dengan menggunakan reaksi esterifikasi. FFA direaksikan dengan alkohol dengan adanya katalis asam untuk menghasilkan FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) dan air (Lim, Kim, and Lee, 2020).

Esterifikasi merupakan suatu proses *pretreatment* dari proses transesterifikasi ketika minyak atau lemak berkualitas rendah digunakan sebagai bahan baku. Esterifikasi adalah reaksi katalis asam homogen yang berlangsung perlahan dengan adanya asam kuat asam sulfat (H_2SO_4), asam fluoric (HF), asam klorida (HCl), asam para toluena sulfonat dan asam sulfonat organik (Tshizanga, 2015).

Esterifikasi adalah reaksi antara asam lemak dengan alkohol menggunakan katalis asam seperti H_2SO_4 , HCl, Zeolit, dan lain-lain untuk menurunkan kandungan asam lemak bebas dalam minyak atau lemak. Minyak nabati yang mengandung asam lemak bebas yang sangat tinggi akan dilakukan perlakuan awal yaitu esterifikasi.

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester dengan mengkonversi asam lemak bebas yang terkandung di dalam trigliserida menjadi metil ester dan hasil samping dari reaksi ini terbentuk air. Hasil samping berupa air tersebut dapat diatasi dengan menggunakan metanol berlebih, air yang terbentuk akan larut dalam metanol dan tidak menghambat proses reaksi (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019).

Esterifikasi adalah reaksi asam lemak bebas dengan alkohol membentuk ester dan air. Reaksi ini dapat dilakukan sebelum atau sesudah transesterifikasi. Esterifikasi biasanya dilakukan sebelum transesterifikasi jika minyak yang diumpankan mengandung asam lemak bebas tinggi ($>1\%$). Dengan esterifikasi, kandungan asam lemak bebas dapat dihilangkan dan diperoleh tambahan ester. Dalam proses esterifikasi, pereaksinya bukan berasal dari senyawa ester melainkan dari senyawa asam lemak, reaksinya ditunjukkan pada gambar 2. 1 sebagai berikut:



Gambar 2. 5 Reaksi Esterifikasi

Sumber: Wahyuni and Kadarwati, (2011)

Proses esterifikasi yang berfungsi untuk menurunkan kandungan asam lemak bebas yang ada pada minyak sehingga nantinya rendemen minyak biodiesel hasil transesterifikasi menjadi lebih maksimal (Hafiz et al., 2017). Esterifikasi FFA yang dikatalisis asam dan diikuti dengan transesterifikasi trigliserida yang dikatalisis basa dapat menghasilkan biodiesel dari bahan baku FFA tinggi (Rezende and Pinto, 2016). Katalis asam yang paling disukai adalah asam sulfat, hidroklorat, asam sulfonat dan asam p-toluenesulfonat (PTSA) (Hayyan, Alam, and Mirghani, M E S., Kabbashi, N A., Hakimi, N I N M., Siran, Y M., Tahiruddin, 2010). PTSA menunjukkan aktivitas katalitik tertinggi dibandingkan dengan katalis asam benzenesulfonic dan asam sulfat (Guan et al., 2008).

Esterifikasi umumnya dilakukan dengan pemanasan secara konvensional menggunakan katalis asam pendonor proton serta metanol sebagai jenis alkohol pereaktannya. Hasil esterifikasi selanjutnya dianalisis kandungan asam lemak bebasnya dengan metode titrasi menggunakan KOH dan indikator *phenolphthalein* yang ditandai dengan terjadinya perubahan warna larutan dari kuning menjadi warna merah muda. Dengan tercapainya titik ekuivalen titrasi ini maka dapat diketahui bilangan asam minyak (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019).

b. Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah reaksi kesetimbangan melalui proses menggunakan katalis dengan menggunakan alkohol. Reaksi transesterifikasi menjadi optimum karena minyak nabati dapat berubah secara keseluruhan menjadi ester. Proses produksi ester dilakukan dengan mereaksikan minyak dengan alkohol. Pada prinsipnya semua jenis alkohol bisa direaksikan dengan minyak, akan tetapi yang sering digunakan adalah metanol atau etanol karena memiliki rantai pendek sehingga dibutuhkan massa alkohol yang sedikit dan mudah didapatkan (Susilo, Damayanti, and Izza, 2017). Terdapat dua metode transesterifikasi, yaitu

dengan katalis dan tanpa katalis. Pemanfaatan berbagai jenis katalis dapat meningkatkan laju dan yield biodiesel yang dihasilkan. Reaksi transesterifikasi reversibel dan kelebihan alkohol dapat menggeser kesetimbangan ke sisi produk (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013). Dalam reaksi transesterifikasi, komponen trigliserida minyak bereaksi dengan alkohol dengan katalis untuk menghasilkan ester dan gliserol (Saini, 2017). Reaksi transesterifikasi bertujuan untuk memecah dan menghilangkan trigliserida serta menurunkan viskositas pada minyak (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019).

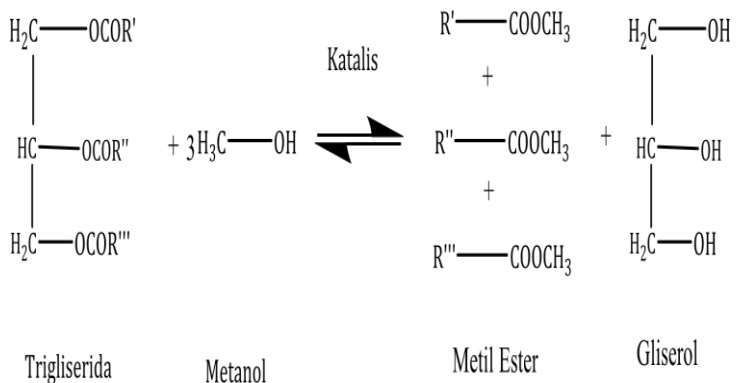
Minyak dan lemak adalah trigliserida yaitu rangkaian tiga gugus asam lemak yang diikat oleh gliserol. Ester secara alami akan terpisah dengan gliserol karena gliserol memiliki massa jenis yang lebih tinggi daripada ester. Pada reaksi transesterifikasi, reaksi berlangsung sempurna ketika gliserin atau ester yang terbentuk dikurangi konsentrasinya dengan cara diambil dari reaktor pada kondisi keseimbangan sehingga reaksi dapat bergeser ke arah hasil reaksi. Reaksi trigliserida dengan alkohol membentuk ester dan gliserol berlangsung secara bertahap, yaitu diawali dengan perubahan dari trigliserida menjadi digliserida,

digliserida menjadi monogliserida, dan monogliserida menjadi alkil ester (Susilo, Damayanti, and Izza, 2017). Umumnya reaksi transesterifikasi melibatkan beberapa parameter kritis yang secara signifikan mempengaruhi konversi dan hasil akhir. Variabel yang penting pada transesterifikasi yaitu suhu reaksi, kadar asam lemak bebas dalam minyak, kadar air dalam minyak, jenis katalis, jumlah katalis, waktu reaksi, rasio molar alkohol terhadap minyak, jenis atau aliran kimia alkohol, penggunaan pelarut, dan intensitas pencampuran (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013).

Reaksi transesterifikasi dapat berlangsung jika kandungan asam lemak bebas dalam minyak rendah. Apabila kandungan asam lemak bebas dalam minyak tinggi (>5%), maka harus dilakukan reaksi esterifikasi terlebih dahulu untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dalam minyak (Mayasari Anisah, Suwandi, and Agustian, 2018). Reaksi transesterifikasi atau dapat disebut reaksi alkoholis yang melibatkan peruraian atau memaksapisahan (*cleavage*) oleh alkohol sehingga dibutuhkan alkohol dengan kereaktifan yang tinggi (Siswani, Kristianingrum, and Tohari, 2015). Reaksi ini dapat mengurangi kadar asam lemak bebas yang tinggi, tidak diperlukan pencucian, regenerasi yang mudah,

menghilangkan atau mengurangi korosi (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013). Bahan bakar biodiesel dihasilkan melalui proses transesterifikasi, metode langsung digunakan dari minyak nabati atau lemak hewan dengan adanya katalis (Tshizanga, 2015).

Proses transesterifikasi terdiri dari tiga langkah berturut-turut reaksi reversibel, menghasilkan satu molekul ester pada setiap langkah. Pertama konversi trigliserida (TG) ke digliserida (DG) terjadi, diikuti oleh konversi digliserida ke monogliserida (MG) dan akhirnya, monogliserida ke gliserol (Gambar 2.1b) (Tariq, Ali, and Khalid, 2012). Reaksi transesterifikasi dapat dilihat sesuai gambar 2. 6.



Gambar 2. 7 Reaksi Transesterifikasi

Sumber: Wahyuni and Kadarwati, (2011)

Adapun mekanisme pembentukan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dengan reaktan metanol dan katalis melalui dua tahap. Tahap pertama adalah penyerangan nukleofilik metoksida (CH_3O^-) pada karbon dari gugus karbonil ($-\text{C}=\text{O}$). Tahap kedua adalah pemutusan ikatan C-O disertai pembentukan metil ester atau biodiesel (Oko and Feri 2019). Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida dengan alkohol menghasilkan FAME dan gliserol sebagai produk samping (Faizal, Maftuchah, and Auriyani, 2013). Alkohol digunakan dalam transesterifikasi untuk menggeser kesetimbangan reaksi ke sisi kanan produk, dan alkohol berlebih biasanya diadopsi dalam produksi biodiesel untuk memastikan bahwa minyak benar-benar diubah menjadi biodiesel dalam waktu singkat. Ketika terlalu banyak alkohol yang digunakan, polaritas campuran reaksi meningkat, meningkatkan kelarutan gliserol kembali ke fase ester, menyebabkan reaksi balik antara gliserol dan ester yang menghasilkan yield ester berkurang (Tshizanga, 2015).

Alkohol yang digunakan dalam transesterifikasi produksi biodiesel adalah metanol dan etanol, dipilih sesuai dengan biaya dan sifat. Namun metanol yang paling umum digunakan dalam transesterifikasi karena

manfaat ekonomi, viskositas rendah dan rendahnya berat molekul (32.04 g/mol) sehingga membutuhkan waktu reaksi cepat dan memiliki kinerja tinggi. Oleh karena itu, metanol menjadi alkohol yang sesuai dalam proses transesterifikasi (Tshizanga, 2015).

Metanol adalah senyawa alkohol berantai karbon pendek dan bersifat polar, sehingga dapat bereaksi lebih cepat dengan asam lemak serta dapat melarutkan semua jenis katalis baik basa maupun asam dan lebih ekonomis (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019). Metanol lebih disukai karena memiliki reaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan etanol (Wahyuni and Kadarwati, 2011). Selain itu, metanol juga dapat menghambat laju hidrolisis dalam suasana basa karena metanol dalam bentuk ion metoksida bereaksi dengan trigliserida menghasilkan metil ester (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019).

Reaksi antara minyak atau lemak dengan alkohol dapat berlangsung spontan, akan tetapi hanya bisa berlangsung pada suhu tinggi. Agar bisa berlangsung pada suhu rendah maka digunakan katalisator untuk meningkatkan laju (Susilo, Damayanti, and Izza, 2017).

4. Katalis

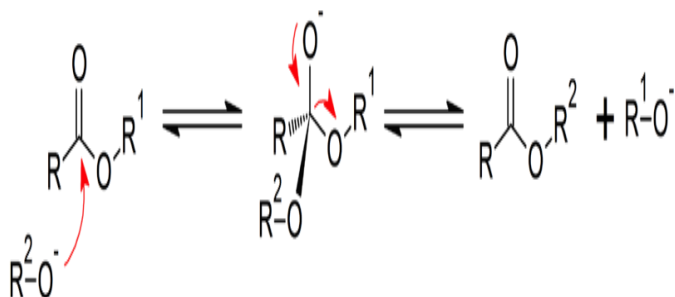
Katalis memainkan peran penting dalam reaksi transesterifikasi. jenis katalis dan konsentrasi sangat penting untuk mencapai proses yang optimal (Issariyakul and Dalai 2014). Katalis biasanya digunakan dalam produksi biodiesel untuk meningkatkan laju reaksi dan menghasilkan aktivitas katalis (Tariq, Ali, and Khalid, 2012).

Katalis diperlukan dalam proses pembuatan biodiesel karena reaksi cenderung berjalan secara lambat. Katalis digunakan untuk menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat (Santoso et al., 2013). Katalis hanya bereaksi sementara dengan reaktan, kemudian katalis yang terikat pada reaktan bereaksi dengan reaktan lain untuk menghasilkan produk dan melepaskan kembali katalis ke sistem (Susilo, Damayanti, and Izza, 2017).

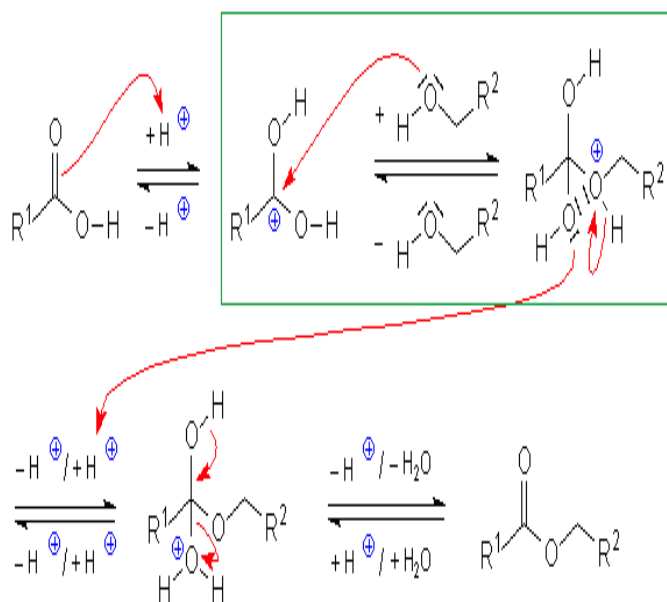
Adapun mekanisme reaksi transesterifikasi katalis basa terjadi dalam empat langkah. Pertama, dasar mengkatalisis reaksi dengan menghapus proton dari alkohol, rendering itu lebih nukleofilik. Kedua, antara tetrahedral yang dihasilkan oleh serangan nukleofilik dari alkali pada gugus karbonil dari trigliserida. Ketiga, ester alkil dan anion yang sesuai dari digliserida terbentuk. Dan akhirnya, katalis

terdeprotonasinya dan meregenerasi spesies aktif yang bereaksi dengan molekul kedua alkohol, mulai siklus katalitik lain (Gambar 2. 8) (Tshizanga, 2015). Mekanisme transesterifikasi katalis basa dapat dilihat pada gambar 2. 9.

Sebaliknya, katalis asam mengkatalisis reaksi dengan menyumbangkan sebuah proton pada gugus karbonil untuk membuatnya lebih elektrofilik. Protonasi mengarah gugus karbonil ke karbokation, yang, setelah serangan nukleofilik alkohol, menghasilkan intermediat tetrahedral. Ini di eliminasi kembali alkohol untuk bentuk ester dan regenerasi katalis H^+ (Gambar 2. 10) (Pathak, 2015; Tshizanga, 2015). Mekanisme transesterifikasi katalis asam dapat dilihat pada gambar 2. 4. Kelebihan alkohol sering digunakan dalam produksi biodiesel untuk meningkatkan hasil lemak ester alkil asam (biodiesel) dan memungkinkan pemisahan fase dari gliserol (Tshizanga, 2015).



Gambar 2. 11 Mekanisme Transesterifikasi Katalis Basa



Gambar 2. 12 Mekanisme Transesterifikasi Katalis Basa

Sumber: Tshizanga, (2015)

a) Katalis Homogen

Katalis homogen secara konvensional digunakan dalam proses produksi biodiesel dengan hasil reaksi yang lebih tinggi dari 97%. Katalis homogen adalah katalis yang berada pada fase yang sama dengan reaktan. Katalis ini dapat bersifat asam (H_2SO_4 , HCl , H_3PO_4) atau basa (NaOH , KOH , CH_3ONa , CH_3OK). Kemampuan katalis asam homogen dapat bertindak sebagai reagen esterifikasi dan berperan sebagai pelarut dalam proses esterifikasi dan transesterifikasi. Umumnya, pilihan katalis homogen adalah karena laju reaksi kinetiknya yang lebih tinggi, biaya yang rendah dan waktu reaksi yang singkat (Tshizanga, 2015).

Pada sistem katalisis homogen, katalis mempunyai fasa yang sama antara reaktan dan produk reaksi. Pada umumnya, fasa cair sering digunakan dengan katalis dan reaktan di dalam larutan. Operasi reaksi katalisis fasa cair mempunyai keterbatasan pada suhu dan tekanan sehingga peralatan reaktor menjadi

lebih kompleks dan katalis setelah reaksi sulit dipisahkan dari produk (Istadi, 2011).

b) Katalis Heterogen

Katalis heterogen merupakan katalis dengan reaktan-reaktan sistem reaksinya dalam fase yang berbeda (padat-cair, padat-gas, cair-gas, dan padat-cair-gas) agar tidak menyebabkan terjadinya distribusi katalis (Saini, 2017). Reaksi hanya terjadi pada bidang batas antar lapis, yaitu pada bidang antarmuka sehingga bidang antarmuka semakin luas, dan reaksi menjadi lebih baik. Tahapan agar reaksi pada proses katalis heterogen dapat terjadi yaitu diawali dengan transfer molekul-molekul reaktan ke permukaan katalis (difusi), kemudian adsorpsi molekul-molekul reaktan pada permukaan katalis, kemudian reaksi molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan katalis menghasilkan produk, kemudian desorpsi molekul-molekul produk reaksi dari permukaan katalis, dan transfer produk reaksi ke fase fluida (Triyono, 2009). Umumnya katalis heterogen yang digunakan yaitu katalis padat (Talebian-Kiakalaie et al., 2013).

Katalis padat harus memiliki karakteristik seperti sistem pori-pori besar yang saling berhubungan, konsentrasi situs asam kuat yang tinggi, permukaan yang bersifat hidrofobik, dan kemampuan untuk mengatur hidrofobik permukaan untuk mencegah proses deaktivasi. Berbagai jenis katalis yang umum digunakan yaitu resin penukar ion, oksida tersulfat, dan katalis basa heterogen seperti logam oksida transisi dan turunannya, katalis heterogen berbasis basa kelompok boron, alkali oksida dan turunan logam tanah, oksida dan turunan logam campuran, oksida dan turunan logam alkali, katalis heterogen berbasis bahan limbah, katalis heterogen berbasis karbon, dan katalis heterogen berbasis enzim katalis (Talebian-Kiakalaieh et al., 2013). Katalis heterogen lebih disukai dibandingkan dengan katalis homogen, karena katalis heterogen dapat digunakan kembali, memungkinkan proses pemisahan yang lebih baik, kualitas produk akhir yang lebih baik, dan juga ekonomis. Katalis heterogen memiliki keuntungan yaitu mudah dipisahkan dari produk reaksi, lebih tahan terhadap asam lemak bebas yang terkandung di alam bahan

baku tanpa melalui reaksi saponifikasi sehingga memungkinkan untuk melakukan reaksi transesterifikasi dengan bahan baku yang mengandung asam lemak bebas yang tinggi. Baru-baru ini, telah ada kemajuan yang signifikan dalam produksi biodiesel dari katalis homogen ke katalis heterogen karena kinerja tinggi dalam kualitas produksi dan efisiensi (Pathak, 2015).

Beberapa contoh katalis heterogen misalnya kalsium oksida (CaO), magnesium oksida (MgO), stronsium oksida (SrO), zeolit, alumunium trioksida (Al_2O_3), zink Oksida (ZnO), Titanium dioksida (TiO_2) dan ZrO telah digunakan dalam proses transesterifikasi. Diantara katalis ini, logam alkali oksida misalnya CaO , MgO dan SrO memiliki aktivitas tinggi untuk digunakan dalam proses transesterifikasi. Tingkat reaksi di oksida logam tunggal tergantung langsung pada kebasaaan oksida, terutama dari situs dasar yang kuat. Ada berbagai oksida logam tunggal yaitu magnesium oksida (MgO), kalsium oksida (CaO) dan stronsium oksida (SrO) yang telah digunakan

sebagai katalis untuk transesterifikasi biodiesel (Y. C. Sharma, Singh, and Korstad, 2011).

5. Cangkgang Kerang Darah (*Anadara Granosa*)

Kerang darah termasuk kelas Bivalvia yang hidup dilaut terutama didaerah litoral dasar perairan yang berlumpur atau berpasir (Imtihan, 2014). Kerang darah banyak ditemukan pada substrat yang berlumpur. Kerang darah bersifat infauna yaitu hidup dengan cara membenamkan diri di bawah permukaan lumpur. Ciri-ciri dari kerang darah adalah mempunyai dua keping cangkang tebal, elips dan kedua sisi sama. Kerang darah memiliki kelamin yang terpisah dan pembuahan dengan cara menyebarkan telur dan sperma ke air (Ahmad, 2017). Kerang darah gemar memendam dirinya ke dalam pasir atau lumpur pada kedalaman 4 cm dengan keadaan air yang tenang. Ukuran kerang biasanya 5-6 cm panjang dan 4-5 cm lebar (Imani, Yanto, and Susiwa, 2019). Cangkgang berwarna putih yang ditutupi periostrakum yang berwarna kuning kecokelatan sampai cokelat kehitaman. Ukuran kerang dewasa 6-9 cm (Intan, Tanjung, and Nurrachmi, 2007). Klasifikasi erang darah dapat dilihat pada tabel 2. 8.

Tinggi kadar kalsium karbonat dalam cangkang kerang bisa dilihat pada tingkat kekerasannya. Semakin

keras cangkang maka semakin tinggi kadar kalsium karbonatnya (Akbar et al., 2019). Proses pemanasan dengan suhu yang tinggi menyebabkan hilangnya CO₂ dari CaCO₃ sehingga terbentuk CaO (Tahya, Tahya, and Kainama, 2019). Kandungan cangkang kerang darah yaitu kalsium oksida (CaO) 66,70%, silika (SiO₂) 7,88%, aluminium oksida (Al₂O₃) 1,25%, ferri oksida (Fe₂O₃) 0,03% dan magnesium oksida (MgO) 22,28% (Rahmaniah, 2019).

Tabel 2. 9 Klasifikasi Kerang Darah

Kingdom	Animalia
Fillum	Mollusca
Kelas	Pelecypada/Bivalvia
Sub kelas	Lamelladibranchia
Ordo	Taxodonta
Family	Arcidae
Genus	Anadara
Spesies	Anadara granosa

Sumber: Puspita, (2018)

6. Kalsium Oksida (CaO)

Kalsium oksida (CaO) merupakan oksida basa kuat yang memiliki aktivitas katalis yang tinggi pada proses transesterifikasi. Kalsium oksida juga banyak digunakan di industri sebagai agent katalitik karena

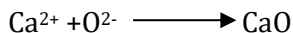
mampu menghilangkan senyawa toksik pada limbah (Raba, Jose, and Ortega, 2016). Katalis CaO juga memiliki keunggulan diantaranya aktivitas katalitik yang tinggi, kelimpahannya banyak, murah dan awet (S. Sharma et al., 2018). Sifat kalsium oksida dapat dilihat pada tabel 2. 10.

Tabel 2. 11 Sifat Kalsium Oksida

Sifat	Keterangan
Massa relatif (g/mol)	56,08
Luas permukaan (m ² /g)	0,56
Titik leleh (°C)	2600
Titik didih (°C)	2850
Kelarutan dalam air	Higroskopis
Struktur kristal	Oktahedral

Sumber: Ramdhani, (2017)

CaO termasuk dalam ikatan ion karena terdapat atom yang melepaskan 2 elektron (atom Ca) dan terdapat atom yang membutuhkan 2 elektron (atom O).



CaO memiliki struktur rocksalt dengan bilangan koordinasi 6. Setiap atom Ca dikelilingi enam atom O dan CaO memiliki sifat plastis dan *workability* (Yoghiati, 2015).

7. Asam Para Toluena Sulfonat

Asam p-toluenasulfonat (PTSA) memiliki rumus molekul $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_3\text{S}$ dengan massa molekul 172,1062 g/mol, berbentuk serbuk berwarna putih, memiliki titik didih sebesar 140°C , titik leleh $106\text{--}107^\circ\text{C}$, titik nyala 184°C dan densitas $1,24 \text{ g/cm}^3$. PTSA merupakan asam organik yang dimanfaatkan untuk asetalisasi dari aldehida, esterifikasi asam karboksilat, dan transesterifikasi (Fitriana, 2016).

PTSA adalah katalis homogen berupa padatan putih yang larut dalam air, alkohol dan pelarut organik (Rivai et al., 2017). Karakteristik lain dari PTSA adalah asam non-pengoksidasi. Penggunaan katalis asam lemah seperti PTSA supaya tidak menyebabkan hidrolisis glukosa. Penggunaan asam lemah juga membuat proses netralisasi lebih mudah dan PTSA tidak korosif pada pipa besi atau stainless steel (Rivai et al., 2017). PTSA sangat aktif untuk mengkatalisis transformasi organik yang beragam termasuk aldol dan

ikatan lainnya karbon-karbon membentuk reaksi. Heterogenisasi dari PTSA dapat mempertahankan kecakapan katalitik, mudah dipisahkan, dapat digunakan kembali dan praktis (Subba et al., 2016).

B. Kajian Pustaka

Bagian ini memuat penelitian-penelitian yang dijadikan kajian dalam penelitian yang akan dilakukan.

Hanif and Utami, (2019) menyebutkan bahwa ekstraksi minyak dari ampas kopi instan mampu menghasilkan minyak sebesar 23,32% dan minyak kopi mengandung asam palmitat yang cukup tinggi 37,64% sehingga dapat berpotensi untuk dijadikan bahan baku biodiesel. Hanif et al., (2019) mengemukakan bahwa minyak kopi memiliki sifat fisika dan kimia berupa densitas 0,89 g/mL, bilangan asam 44,47 mg KOH/g, bilangan penyabunan 176,40 mg KOH/g dan *kinematic viscosity* 43,82 mm²/s.

Haile, Asfaw, and Asfaw, (2013) berhasil menurunkan kadar FFA minyak ampas kopi dari 7,33% menjadi 0,9% setelah tiga langkah esterifikasi berturut-turut. Sekitar 19,73% b/b minyak ampas kopi diekstraksi dan dikarakterisasi. Minyak ampas kopi yang diperoleh diubah secara kimiawi menjadi asam lemak metil ester dengan hasil biodiesel 73,4% b/b melalui proses reaksi dua langkah berupa esterifikasi dan transesterifikasi. Analisis GC

menunjukkan bahwa biodiesel residu kopi limbah terdiri dari ester jenuh (45,2%), tak jenuh (52,5%) dan dua tidak teridentifikasi (2,3%).

Penelitian terdahulu mengenai penggunaan asam para toluena sulfonat pada reaksi esterifikasi yaitu Hayyan, Alam, and Mirghani, M E S., Kabbashi, N A., Hakimi, N I N M., Siran, Y M., Tahiruddin, (2010), menyatakan bahwa kondisi optimum untuk proses esterifikasi *sludge palm oil* (SPO) adalah 0,75% berat PTSA terhadap SPO, rasio molar 10: 1, 60 °C suhu reaksi, dan waktu reaksi 60 menit. PTSA sebesar 0,75% memberikan rendemen tertinggi dengan 96% biodiesel mentah, dan konversi FFA menjadi FAME adalah 90,9%. Tidak ada peningkatan signifikan yang diamati dengan dosis PTSA yang lebih tinggi terhadap hasil biodiesel mentah dan konversi FFA menjadi FAME. Dikatakan pula bahwa PTSA memiliki aktivitas katalis tertinggi dibandingkan katalis asam lainnya seperti asam benzenesulfonat dan asam sulfat, dimana rendemen yang diperoleh adalah 97,1% dengan menggunakan 4% berat PTSA dengan adanya dimetil eter (Guan et al., 2008).

Penelitian terdahulu mengenai pemanfaatan cangkang kerang darah sebagai sintesis katalis CaO diantaranya yaitu Lestari, (2019) menyatakan bahwa katalis CaO dapat disintesis dari cangkang kerang darah dengan suhu kalsinasi 950 °C selama 3 jam yang digunakan dalam

proses transesterifikasi dengan penambahan NaOH menghasilkan biodiesel dengan densitas sebesar 0,876 g/ml dan viskositas sebesar 1,2921 cp dan Nurhayati, Akmal Mukhtar, (2014) melakukan transesterifikasi *Crude Palm Oil* (CPO) menggunakan katalis heterogen CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*) dengan suhu kalsinasi 900°C selama 10 jam menghasilkan biodiesel optimum dari 100 g CPO dengan berat katalis CaO 4% (b/b), suhu reaksi 60°C selama 3 jam dan rasio molar minyak:metanol (1:9) menghasilkan biodiesel sebesar 84,89 %. Linggawati, Anita, and Ariful Amri, (2016) menyebutkan bahwa nilai minimum suhu *Anadara granosa* cangkang terdekomposisi untuk mendapatkan kalsium oksida adalah 800 °C. Semakin tinggi suhu dekomposisi yang digunakan dapat meningkatkan kristalinitas CaO yang ditampilkan pada difraktogram XRD. Pembentukan CaO juga didukung oleh spektra FTIR pada area sekitar 500 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya getaran Ca-O. Hal ini dikonfirmasi oleh data XRF yang menunjukkan persentase CaO dalam sampel > 99%. Rendemen biodiesel maksimum yang didapat adalah 82,25% yang dihasilkan pada reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO dari cangkang *anadara granosa* kalsinasi pada 900 °C selama 10 jam, dalam kondisi reaksi katalis 3 wt.%, perbandingan metanol dengan minyak 15: 1, waktu reaksi 3 jam dan suhu 60 °C.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan adalah alas gelas seperti pipet mohr (*PYREK*), labu leher tiga (*PYREK*), labu alas bulat (*PYREK*), kondensor refluks (*PYREK*), termometer raksa, gelas piala (*IWAKI*), corong pisah (*PYREK*), corong (*PYREK*), buret (*IWAKI*), gelas beker (*PYREK*), piknometer (*PYREK*), seperangkat alat ekstraksi dan evaporator. Peralatan non gelas seperti botol semprot, statif, klem, cawan porselen, neraca analitik, oven, penggiling, hotplate, ayakan 200 mesh, magnetic stirrer dan selang. Instrumen yang digunakan adalah XRD, XRF, FT-IR dan GC-MS.

2. Bahan

Ampas kopi, n-heksana teknis, metanol (*pro analysis*), KOH (MERCK), HCl 2 M, Etanol teknis 96 %, Cangkang kerang darah, Asam p-toluenasulfonat 99%, Asam oksalat dehidrat (*pro analysis*), Akuades, indikator pp, tisu, kertas label, aluminium foil dan kertas saring.

B. Cara Kerja

1. Sintesis dan Karakterisasi CaO

CaO disintesis dari cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*). Cangkang kerang darah yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari limbah hasil pengolahan makanan. Cangkang kerang tersebut dibersihkan menggunakan air untuk membuang kotoran dan pasir yang menempel pada cangkang. Cangkang kerang dikeringkan 24 jam di oven pada suhu 80°C dan ditumbuk kasar menggunakan lumpang mortar. Kemudian cangkang tersebut dikalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam. Setelah proses kalsinasi selesai, cangkang kerang tersebut digerus dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh lalu disimpan dalam desikator (Linggawati, Anita, and Ariful Amri, 2016). Sintesis katalis yang dihasilkan di analisis dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui jenis mineral dan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui unsur yang terkandung dalam CaO hasil sintesis.

2. Preparasi Sampel

60 g ampas kopi dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 12 jam. Ampas kopi kering

dihaluskan menggunakan blender. Ampas kopi halus dimasukkan ke dalam wadah sampel. Wadah sampel diletakkan di dalam desikator yang digunakan proses ekstraksi (Hanif and Utami, 2019).

15 g ampas kopi dimasukkan ke dalam *cellulose thimbel* kemudian diletakkan di dalam tabung soxhlet. Pelarut n-heksana ditakar sebanyak 250 ml dan dimasukkan ke dalam labu alas bulat, batu didih ditambahkan pada labu didih. Labu yang berisi pelarut yang telah dirangkai dengan tabung soxhlet dan kondensor diletakkan pada heating mantle. Air pendingin disirkulasikan dan *heating mantle* dinyalakan dan diatur pada skala pemanas tertentu (Hanif et al., 2019). Ekstraksi dijalankan pada selama 4 jam (Dang and Nguyen, 2018).

Proses ekstraksi dilanjutkan dengan destilasi untuk memulihkan pelarut yang terpakai dan mendapatkan minyak kopi bebas pelarut. Pelarut dan hasil destilasi dipisahkan menggunakan rotaryvacuum evaporator. Panas disuplai oleh waterbath dan temperatur dijaga pada 40 °C. Minyak yang telah dipisahkan dari pelarutnya diletakkan dalam oven dan dikeringkan selama 2 jam pada temperatur 105 °C (Dang and Nguyen, 2018; Hanif et al., 2019)

3. Sintesis Biodiesel

a Esterifikasi

Minyak hasil ekstraksi (25 mL) diesterifikasi dengan seperangkat alat refluks dengan perbandingan mol minyak: metanol (1:12) dengan katalis asam para toluena sulfonat (1%, 2% dan 3%) dan metanol (15 mL) selama 2 jam. Setelah reaksi selesai, reaktan metanol dipisahkan dari cairan fase menggunakan rotary vacuum.

b Transesterifikasi

Pada tahap kedua ini, katalis kalsium oksida (CaO) digunakan dengan alasan katalis basa ini memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik untuk reaksi transesterifikasi (Kasirajan and Sime, 2017).

Minyak hasil esterifikasi dipindahkan ke dalam labu reaksi dan ditransesterifikasi dengan metanol dan CaO sebagai katalis sebesar 5% dengan perbandingan mol minyak ampas kopi dan metanol yang digunakan yaitu 1:12 (Kasirajan and Sime, 2017). Campuran tetap pada suhu $63 \pm 2^\circ \text{C}$ dalam 2 jam. Lapisan biodiesel dipisahkan selama 24 jam untuk memisahkan produk samping dari gliserol. Lapisan atas merupakan metil ester sedangkan lapisan bawah merupakan gliserol. Minyak diuapkan

dalam vakum pada suhu 40 °C (Dang and Nguyen, 2018). Hasil transesterifikasi diuji GC-MS.

4. Pemisahan Biodiesel dari Produk Samping

Setelah proses sintesis biodiesel dipisahkan dari katalis dengan cara dektantasi, setelah itu diberi HCl 2 M dan n-heksana dan kemudian diaduk selama 15 menit. Setelah itu larutan dipisahkan dengan corong pisah dan diambil lapisan atasnya, setelah itu campuran yang sudah diambil diuapkan menggunakan rotary evaporator hingga tidak ada gelembung lagi, produk kemudian dianalisis menggunakan GC-MS (Suprpto et al., 2016; Fitriyana and Kadarwati, 2012).

5. Analisis FAME dan Jumlah Biodiesel

Pengujian kadar FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) menggunakan GC (*Gas Chromatogaphy*) dengan detektor FID (*Flame Ionization Detector*).

FAME dan % Yield FAME yang dihasilkan juga dapat dicari dengan menggunakan rumus (Chun et al., 2019; Nor et al., 2011):

$$FAME (\%) = \frac{Jumlah\ Luas\ Area\ FAME}{Jumlah\ Luas\ Area\ Total} \times 100 \text{ .. (III.1)}$$

$$Yield\ FAME (\%)$$

$$= \left(\frac{\% \text{ Area FAME} \times \text{Berat Biodiesel}}{\text{Berat minyak}} \right) \times 100 \dots \dots \dots \text{(III.2)}$$

Hasil dan konversi biodiesel dihitung sebagai berikut (Y. T. Wang et al., 2018):

$$\text{Yield} = \frac{(\rho \text{ biodiesel}) \times (V \text{ biodiesel})}{\text{massa minyak}} \times 100\% \dots \text{(III.3)}$$

6. Analisis FFA dan Bilangan Asam

Analisis FFA dan bilangan asam menggunakan metode titrasi. Sebanyak 7,05 g sampel minyak dilarutkan dalam alkohol netral 100 ml, panaskan pada 60°C. Sejumlah satu mL phenolphthalein (PP) ditambahkan ke dalam larutan. Aduk perlahan larutan untuk menjaga larutan bercampur sempurna (Hanif et al., 2019). Larutan dititrasi dengan KOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda. Lalu untuk menghitung bilangan dapat digunakan rumus (Sistani, Saghatoleslami, and Nayebyzadeh, 2018) :

$$\text{Bilangan asam} \left(\frac{mgKOH}{g} \right) = \frac{V.KOH \times N.KOH \times 56,11}{W} \text{(III.4)}$$

Keterangan:

V. KOH = volume KOH yang dibutuhkan
untuk titrasi (mL)

N. KOH = normalitas KOH

W = massa minyak yang dititrasi (g)

Untuk menghitung FFA yang ada pada minyak dapat digunakan rumus (Anhar Rozi, Sugeng Heri Suseno, 2016):

$$FFA = \frac{V_{KOH} \times N_{KOH} \times BM_{Minyak}}{10 \times m_{sampel\ minyak}} \dots\dots\dots (III.5)$$

Keterangan:

- | | |
|------------------|-----------------------------------|
| V. KOH | = Volume KOH yang dibutuhkan (mL) |
| N. KOH | = Normalitas KOH (N) |
| BM minyak | = Berat molekul minyak (g/mol) |
| m. sampel minyak | = massa minyak yang digunakan (g) |

Untuk menghitung konversi FFA yang ada pada minyak dapat digunakan rumus (Khabuanchalad, Supamathanon, and Sombatsri, 2017):

$$Konversi\ FFA = \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100 \dots\dots\dots (III.6)$$

Keterangan:

- | | |
|-------|---------------------------|
| a_1 | = Nilai asam reaktan awal |
| a_2 | = Nilai asam produk |

7. Penentuan Densitas Minyak dan Biodiesel

Densitas minyak kopi ditentukan menggunakan calibrated piknometer 5 mL. Piknometer kosong ditimbang dan dicatat massanya. Kemudian minyak diisikan pada

piknometer hingga meluap dan tidak ada gelembung udara di dalamnya. Piknometer yang berisi minyak ditimbang dan dicatat massanya. Jika m_0 adalah massa piknometer kosong, m adalah massa piknometer dan minyak, dan V adalah volume piknometer, maka densitas minyak (dalam g/mL) dihitung dengan persamaan (Hanif and Utami, 2019):

$$\rho = \frac{m-m_0}{V} \dots\dots\dots (III.7)$$

BAB IV

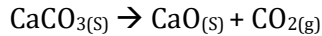
HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis dan Karakterisasi CaO dari Cangkang Kerang

Cangkang kerang darah dapat dijadikan bahan baku katalis heterogen untuk pembuatan biodiesel karena cangkang kerang darah dapat terdekomposisi menjadi CaO dan mengandung kadar kalsium yang tinggi (Arita, Adipati, and Sari, 2014). Kandungan CaO dari cangkang kerang hijau sebesar 98,37 %, cangkang kerang darah sebesar 99,17 %, dan cangkang kerang remis sebesar 97,53 %. Hal ini menunjukkan bahwa kandungan CaO pada cangkang kerang darah lebih tinggi daripada cangkang kerang hijau dan cangkang kerang remis (Buasri et al., 2013).

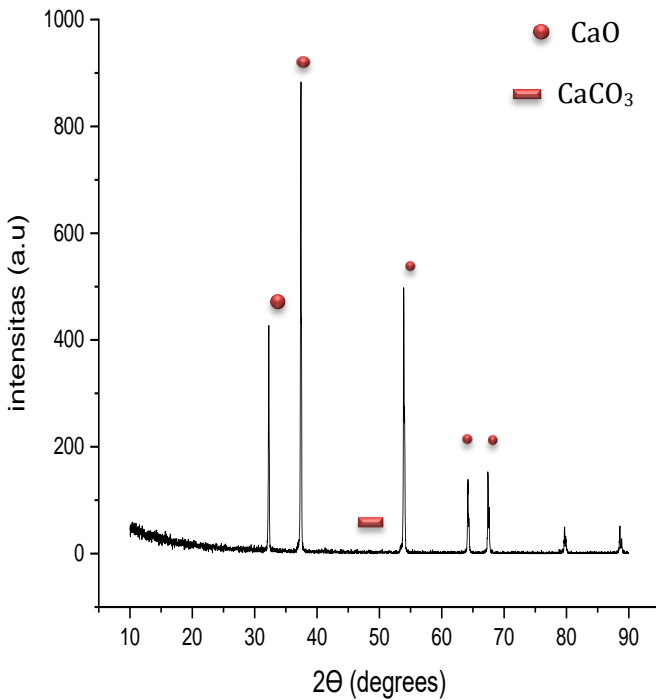
Cangkang kerang dikeringkan 24 jam di oven pada suhu 80°C dan ditumbuk kasar menggunakan lumpang mortar. Kemudian cangkang tersebut dikalsinasi pada suhu 900°C selama 10 jam. Kalsinasi bertujuan untuk mengeliminasi komponen organik pada cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*) dan mengisolasi CaO dari CaCO₃ melalui pengeliminasian CO₂ dalam bentuk gas. Proses pemanasan dengan suhu yang tinggi ini menyebabkan hilangnya CO₂ dari CaCO₃ sehingga terbentuk CaO (Tahya, Tahya, and Kainama, 2019).

Pada dasarnya, proses sintesis kalsium oksida dari limbah cangkang kerang hanya melibatkan proses dekomposisi CaCO_3 . Dengan proses pemanasan CaCO_3 dapat bertransformasi menjadi CaO melalui pelepasan senyawa karbon dengan reaksi:



CaO hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, XRF, dan FTIR. Hasil analisis menggunakan instrumen XRD ditunjukkan oleh gambar 4.8. Berdasarkan hasil difraktogram, pola difraksi menunjukkan intensitas tertinggi pada nilai 2θ : $32,20^\circ$ dengan indeks miller [111], $37,17^\circ$ dengan indeks miller [200], $53,94^\circ$ dengan indeks miller [202] (Wulancahayani and Rohmawati, 2020), $54,0689^\circ$, $64,1847^\circ$ dan $67,4193^\circ$ (Linggawati, Anita, and Ariful Amri, 2016). Sementara puncak $47,24^\circ$ dikaitkan dengan CaCO_3 yang muncul diduga karena CaO juga menyerap karbon dioksida (CO_2) dari udara (Kirubakaran and Arul Mozhi Selvan, 2018; Khachani et al., 2014; Huh et al., 2016; Ezzah-Mahmudah et al., 2016; Weng et al., 2019).

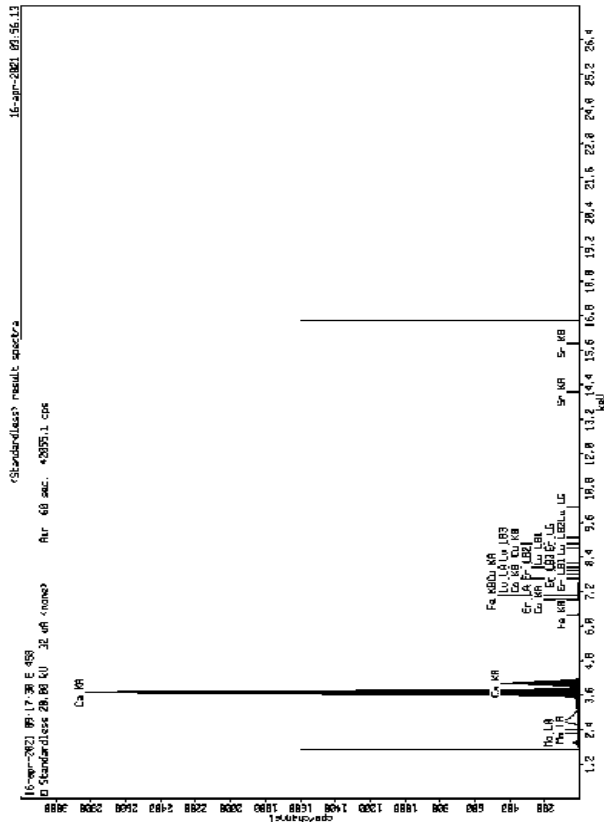
Hasil difraktogram XRD menunjukkan bahwa kalsinasi cangkang kerang darah pada suhu 900°C selama 10 jam telah berhasil membentuk CaO .



Gambar 4. 9 Difraktogram XRD CaO Hasil Sintesis

Hasil spektrum XRF pada gambar 4. 2 dan tabel 4. 9 serta tabel 4. 2 menunjukkan bahwa komposisi utama cangkang kerang hasil kalsinasi adalah CaO dengan pengotor berupa Fe₂O₃, Co₃O₄, CuO, SrO, MoO₃, Er₂O₃ dan Lu₂O₃. Selanjutnya dilakukan pengukuran kadar kadar kalsium oksida dengan menggunakan *X-Ray Flourosence*

sehingga diperoleh kadar kalsium oksida setelah kalsinasi yaitu 98,90 %.



Gambar 4. 10 Spektrum XRF Canggang Kerang

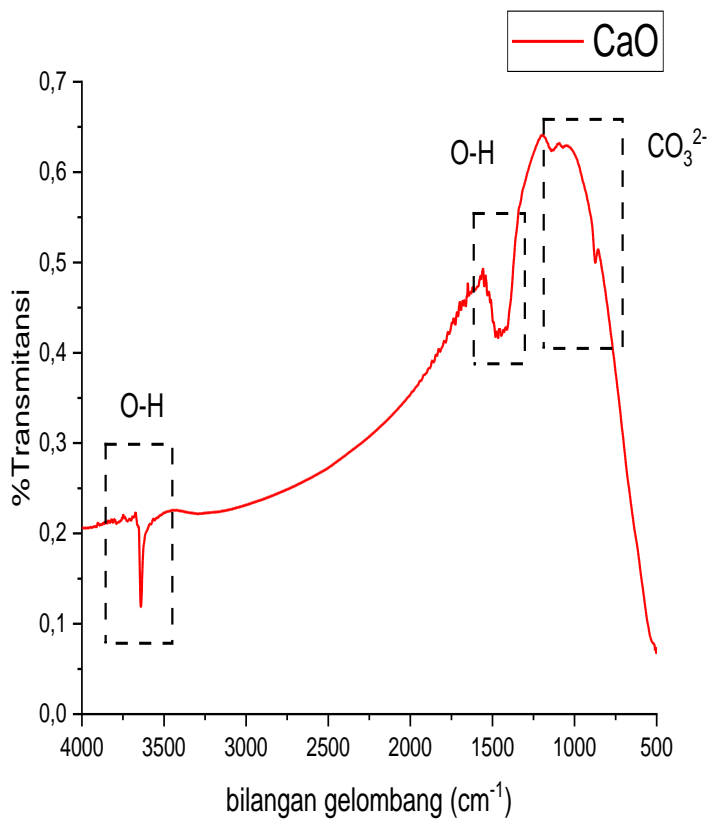
Berdasarkan hasil analisis tersebut diketahui bahwa komposisi dari serbuk canggang kerang darah yang dilakukan dalam penelitian ini didominasi oleh kalsium oksida.

Tabel 4. 10 Hasil Analisis XRF Berdasarkan Logam

Kandungan	Hasil (%)
CaO	98,90
Fe ₂ O ₃	0,095
Co ₃ O ₄	0,086
CuO	0,027
SrO	0,49
MoO ₃	0,25
Er ₂ O ₃	0,05
Lu ₂ O ₃	0,11
Total	100,0008

Tabel 4. 11 Hasil Analisis XRF Berdasarkan Elemen

Kandungan	Hasil (%)
Ca	98,73
Fe	0,10
Co	0,096
Cu	0,033
Sr	0,63
Mo	0,20
Er	0,07
Lu	0,15
Total	100,009



Gambar 4. 11 Spektra FTIR Katalis CaO

Hasil spektra FTIR pada gambar 4. 12 menunjukkan vibrasi CO₃²⁻ pada bilangan gelombang 1420 cm⁻¹, 1093 cm⁻¹, 880 cm⁻¹ dengan vibrasi sangat lemah di sekitar 700

cm^{-1} , yang mengkonfirmasi pembentukan CaCO_3 . Gugus karbonat (CO_3) muncul pada bilangan gelombang 862.11 cm^{-1} , 874.45 cm^{-1} , 1117.24 cm^{-1} , 1438.22 cm^{-1} dan 1473.20 cm^{-1} , dan terdapat ikatan rangkap $\text{C}=\text{C}$ tidak jenuh pada bilangan gelombang 1639.86 cm^{-1} dan 1648.09 cm^{-1} (Resaldi, Prananingrum, and Cevant, 2018).

Adanya vibrasi ulur dari O-H hidroksida pada bilangan gelombang 3643,59 cm^{-1} , 3436 cm^{-1} , 1642 cm^{-1} dan 1472,62 cm^{-1} (Mirghiasi, Bakhtiari, and Darezereshki, 2014; Huh et al., 2016; Loy et al., 2016). Puncaknya pada 3644 cm^{-1} disebabkan oleh ikatan O-H dari molekul air (Hussein et al., 2020). Penyerapan tajam juga ditemukan di area 3421,70 cm^{-1} yang menunjukkan adanya kelompok OH. (Musa, Raya, and Natsir, 2016). Dari spektra FTIR bahwa pada bilangan gelombang 3641,86 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan O-H. Gugus O-H dengan puncak tajam merupakan karakteristik dari CaO (Fatmawati et al., 2018). Pita frekuensi kecil yang berpusat pada 3784 cm^{-1} dikaitkan dengan getaran peregangan kelompok hidroksil. Pita karakteristik untuk CO_3^{2-} terjadi pada 712 cm^{-1} , 876 cm^{-1} , 1438 cm^{-1} , 1798 cm^{-1} , dan 2512 cm^{-1} . Ada dua pita frekuensi terkait dengan struktur CaO yaitu pada 876 cm^{-1} dan 1483 cm^{-1} , hasil ini dapat dikaitkan dengan penguraian CaCO_3 menjadi CaO. Puncak tajam pada 3646 cm^{-1} terkait dengan ikatan -OH

pada CaO. (Asmi and Zulfia, 2017). Dan vibrasi pada 553,48 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Ca-O (Mirghiasi, Bakhtiari, and Darezereshki, 2014).

Berdasarkan hasil uji analisis, cangkang kerang darah (*Anadara Granosa*) memiliki potensi yang baik untuk dijadikan katalis heterogen CaO. Kalsium oksida (CaO) ini digunakan pada reaksi transesterifikasi karena kebasaaan yang tinggi (Kavitha, Geetha, and Jacqueline, 2019), kemudahan preparasi, tidak beracun, lebih murah, dapat diregenerasi (Krishnamurthy, Sridhara, and Ananda Kumar, 2020), sedikit larut dalam metanol dan mempunyai aktifitas yang tinggi pada reaksi sintesis biodiesel (Al-Rasyid and Nasir, 2020).

B. Ekstraksi Ampas Kopi

Ampas kopi ini diekstraksi dengan metode sokhletasi. Metode Soxhlet adalah metode ekstraksi pelarut yang dilakukan pada temperatur mendekati titik didih pelarut. Kelarutan solute di dalam pelarut cairan umumnya lebih tinggi pada temperatur yang lebih tinggi. Metode Soxhlet adalah metode ekstraksi yang sangat efektif dan efisien dalam penggunaan pelarut. Pada penelitian ini digunakan n-heksana teknis sebagai pelarut untuk mengekstrak minyak dalam ampas kopi yang bersifat nonpolar sehingga akan lebih mudah larut dalam pelarut

nonpolar. Proses ekstraksi berjalan selama 4 jam setelah itu hasil ekstraksi diuapkan dengan metode rotary vacuum evaporator yang bertujuan untuk menguapkan pelarut ekstraksi dan menghasilkan ekstrak (senyawa hasil ekstraksi).

Dari hasil penelitian, dilaporkan bahwa persentase ekstrak minyak kopi diperoleh menggunakan heksana sebagai pelarut, yaitu sebesar 10,70 %. Hasil tersebut lebih besar daripada penelitian Dang and Nguyen, (2018) sebesar 6,2% dan sesuai dengan pernyataan Oliveira et al., (2008), bahwa kandungan ekstrak minyak kopi sebesar 10-12 %. Namun, hasil yang didapat pada penelitian ini lebih kecil daripada penelitian yang dilakukan Hanif et al., (2019) yaitu 17,6 % dan Kondamudi, Mohapatra, and Misra, (2008) sebesar 13,4 %.

C. Analisis Sifat Minyak Kopi

Sifat-sifat minyak kopi yang dianalisis berupa densitas minyak, bilangan asam, kadar asam lemak bebas dan kandungan senyawa yang terdapat dalam minyak.

1. Densitas Minyak

Densitas minyak yang diperoleh dari penelitian ini adalah 0,928 g/mL. Nilai densitas yang didapat hampir sama dengan penelitian Dang and Nguyen, (2018) yaitu 0,92 g/mL, Kasirajan and Sime, (2017)

sebesar 0,9 g/mL, dan Al-Hamamre et al., (2012) sebesar 0,929 g/mL. Namun, densitas yang didapat nilainya lebih tinggi dibandingkan dengan Hanif et al., (2019) sebesar 0,89 g/mL. Perbedaan nilai densitas dipengaruhi oleh perbedaan komposisi minyak yang terdiri dari campuran beberapa komponen yang didominasi oleh trigliserida yang tersusun dari asam-asam lemak yang berbeda-beda. Dengan demikian, densitas minyak kopi merupakan hasil densitas campuran dari komponen-komponen penyusunnya (Hanif and Utami, 2019).

2. Bilangan Asam Minyak

Bilangan asam didefinisikan sebagai jumlah mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang ada di dalam minyak. Bilangan asam minyak kopi hasil ekstraksi yang didapat sebesar 4,020 mgKOH/g. Hasil yang didapat lebih rendah daripada penelitian Kasirajan and Sime, (2017) sebesar 13,4 mgKOH/g. Al-Hamamre et al., (2012) sebesar 7,3 mgKOH/g. Liu, Tu, Knothe, et al., (2017) sebesar 6,18 mgKOH/g dan 6,94 mgKOH/g. Bilangan asam minyak kopi pada penelitian yang rendah mengindikasikan sedikitnya asam lemak bebas yang terdapat di dalam

minyak tersebut (Mardawati, Efri;Hidayat, Mahdi, Siregar; Rahmah, Devi, 2019).

3. Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)

Bahan baku minyak harus diuji FFA sebelum dilakukan reaksi sintesis biodiesel. FFA adalah asam lemak bebas yang tidak terikat sebagai trigliserida (Pratama, Mardiana, and Niawanti, 2019). Berdasarkan penelitian Dang and Nguyen, (2018), kadar FFA minyak kopi senilai 3,07 % dan 1,41 %. Namun, hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar FFA minyak kopi sebesar 6,4004 %. Hasilnya lebih tinggi daripada penelitian Dang and Nguyen, (2018). Meskipun begitu, hasil tersebut hampir sama dengan penelitian Kasirajan and Sime, (2017) yang menghasilkan kadar FFA minyak kopi sebesar 6,7 %. Minyak ampas kopi tidak dapat langsung digunakan sebagai bahan baku untuk reaksi transesterifikasi karena minyak yang diekstraksi mengandung FFA asam lemak bebas yang tinggi. Kandungan FFA yang tinggi dalam bahan baku dapat mendorong pembentukan sabun melalui reaksi saponifikasi dan menghambat efisiensi produksi biodiesel yang menyebabkan penurunan hasil dan kesulitan dalam pemisahan dan pemurnian biodiesel. Oleh karena itu, kandungan FFA tinggi diperlukan

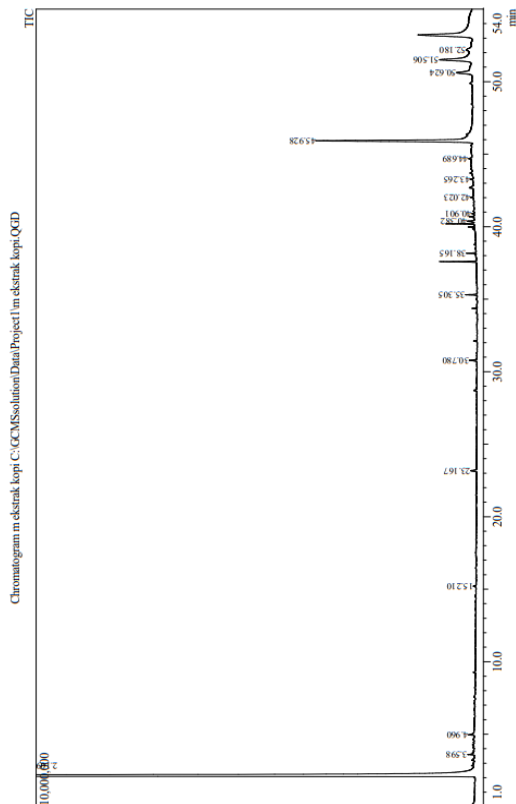
langkah *pretreatment* tambahan untuk mengurangi tingkat nilai asam (FFA) melalui reaksi esterifikasi (Mueanmas et al., 2019).

4. Kandungan Minyak Kopi

Hasil penelitian ditunjukkan oleh kromatogram GC-MS gambar 4. 13 dan tabel 4. 3 bahwa kandungan minyak kopi hasil ekstraksi berupa kafein (0,36 %), asam karbonat (3,84 %), asam nonadekanoat (1,46 %) dan asam palmitat (12,02 %). Kandungan asam palmitat hasil penelitian ini lebih tinggi dari penelitian Hanif et al., (2019) sebesar 11,03 % dan lebih rendah daripada penelitian Kasirajan and Sime, (2017) sebesar 30,31 % dan Dang and Nguyen, (2018) sebesar 30,41 %.

Tabel 4. 3 Kandungan Minyak Kopi

Asam Lemak	Jumlah (%)
Asam Palmitat	12,02
Asam Nonadekanoat	1,46
Asam Karbonat	3,84
Kafein	0,36



Gambar 4. 14 Kromatogam GC-MS Minyak Kopi

D. Sintesis Biodiesel Minyak Kopi

Biodiesel dari ampas kopi memiliki stabilitas yang lebih baik daripada biodiesel dari sumber lain karena kandungan antioksidannya yang tinggi. Oleh karena itu, ampas kopi berpotensi digunakan sebagai bahan baku produksi biodiesel (Crater, 2016).

Biodiesel merupakan salah satu alternatif bahan bakar cair ramah lingkungan. Ini mengurangi jumlah gas rumah kaca yang dilepaskan ke atmosfer yang menyebabkan pemanasan global. Biodiesel dibuat melalui reaksi transesterifikasi yang mengubah trigliserida alami menjadi asam lemak, metil atau etil ester dan gliserol.

Pada penelitian ini digunakan rasio mol antara metanol dan minyak sebesar 12:1 (Kasirajan and Sime, 2017). Secara teori dibutuhkan 3 mol metanol untuk bereaksi dengan trigliserida dalam proses transesterifikasi, akan tetapi pada kenyataannya, dibutuhkan lebih dari 3 mol untuk menghasilkan biodiesel dalam jumlah banyak, hal ini disebabkan pada sintesis biodiesel, reaksinya adalah reaksi reversibel sehingga, sesuai dengan hukum kesetimbangan reaksi untuk menggeser reaksi ke hasil, dibutuhkan metanol berlebih (Ezzah-Mahmudah et al., 2016; Mansir et al., 2017).

1. Sintesis biodiesel melalui proses esterifikasi dengan bantuan katalis PTSA

Perlakuan awal FFA dapat dilakukan dengan menggunakan reaksi esterifikasi, di mana FFA direaksikan dengan alkohol dengan adanya katalis asam untuk menghasilkan FAME dan air (Lim, Kim, and Lee, 2020).

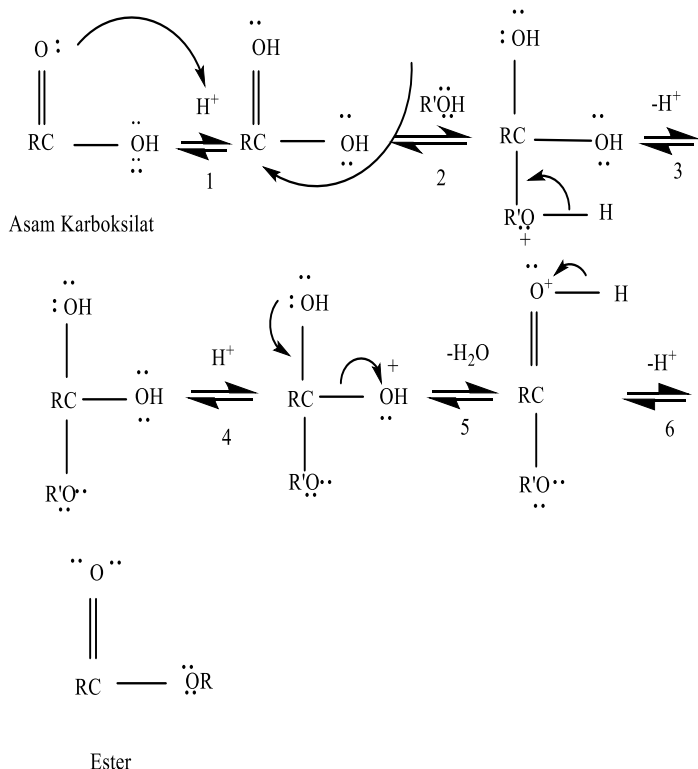
Pada penelitian ini minyak kopi memiliki nilai FFA sebesar 6,4004 % sehingga perlu dilakukan esterifikasi terlebih dahulu untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dalam minyak (Mayasari Anisah, Suwandi, and Agustian, 2018). Pada tahap esterifikasi ini, katalis yang digunakan berupa katalis PTSA.

Esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol untuk membentuk ester dengan bantuan katalis asam, proses esterifikasi dapat digunakan dalam sintesis biodiesel dimana asam lemak akan direaksikan dengan metanol untuk membentuk metil ester (biodiesel) dibantu oleh katalis asam homogen untuk meningkatkan laju reaksi.

Minyak hasil ekstraksi (25 mL) diesterifikasi dengan seperangkat alat refluks dengan perbandingan mol minyak: metanol (1:12) dengan katalis asam para toluena sulfonat (1%, 2% dan 3% wt minyak) dan metanol (15 mL) selama 2 jam. Pada reaksi esterifikasi ini, katalis asam (PTSA) bertindak sebagai katalis asam pendonor dan methanol yang bersifat polar dan memiliki sifat karbon pendek sehingga reaksi antara methanol dan asam lemak akan lebih cepat (Suleman, Abas, and Paputungan, 2019). Penggunaan katalis menyebabkan molekul-molekul reaktan akan

teradsorp pada permukaan aktif katalis sehingga tumbukan antar molekul semakin besar. Pada penelitian ini digunakan katalis PTSA 1 %, 2 % dan 3 % wt minyak. Optimasi konsentrasi katalis PTSA bertujuan untuk mengetahui aktivitas katalis yang paling optimum pada reaksi esterifikasi terhadap nilai FFA dan bilangan asam.

Setelah reaksi selesai, reaktan metanol dipisahkan dari cairan fase menggunakan rotary vacuum. Minyak hasil esterifikasi selanjutnya dianalisis kandungan asam lemak bebasnya dengan metode titrasi menggunakan KOH dan indikator PP yang ditandai dengan perubahan warna dari coklat menjadi merah muda.



Gambar 4. 5 Mekanisme Reaksi Esterifikasi Katalis Asam

Sumber: Fessenden and Fessenden, (1997)

Mekanisme dari pembentukan ester dapat dilihat pada gambar 4. 5, dimulai dengan langkah protonasi. Protonasi menambahkan muatan positif ke gugusan karbonil sehingga reaktivitas gugusan ini terhadap nukleofil menjadi lemah. Langkah kedua,

adisi dari alkohol nukleofilik ke gugus karbonil. Hasil dari langkah ini mengandung gugus $-OR'$. Langkah ketiga, hilangnya proton dari gugus OR' . Langkah keempat, protonasi salah satu gugus $-OH$ untuk membentuk gugus hidroksil terprotonasi, $-OH_2^+$. Langkah kelima adalah hilangnya gugus hidroksil terprotonasi sebagai gugus terbaik yang meninggalkan berupa H_2O . Hasil dari langkah kelima adalah ester terprotonasi, yang kehilangan protonnya pada langkah keenam menghasilkan ester. Semua langkah protonisasi dan deprotonisasi dalam deretan adalah kesetimbangan asam-basa yang biasa terjadi dalam keadaan asam (Fessenden and Fessenden, 1997).

Tabel 4. 12 Hasil FFA dan Bilangan Asam Hasil Esterifikasi

Jenis Katalis	Asam lemak bebas (FFA) (%)	Bilangan asam (mgKOH/g)
PTSA 1 %	3,7649	2,3650
PTSA 2 %	1,3177	0,8277
PTSA 3 %	2,2589	1,4190

Berdasarkan tabel 4. 13 menunjukkan bahwa katalis asam PTSA cukup efektif untuk menurunkan nilai

FFA minyak kopi dan reaksi ini cukup cepat. Hasil esterifikasi dengan penambahan katalis PTSA 2 % wt minyak menunjukkan hasil FFA dan bilangan asam yang paling rendah. Semakin tinggi variasi konsentrasi katalis maka nilai FFA semakin rendah (Pratama, Mardiana, and Niawanti, 2019). Penurunan kadar FFA juga disebabkan bahwa dalam proses esterifikasi terjadi konversi asam lemak bebas yang berberat molekul tinggi menjadi metil ester yang berberat molekul lebih rendah (Mardawati, Efri;Hidayat, Mahdi, Siregar; Rahmah, Devi, 2019). Namun, nilai FFA kembali meningkat setelah penambahan konsentrasi yang berlebih (PTSA 3 % wt minyak). Hal ini dikarenakan semakin banyak penambahan katalis maka reaksi cenderung kembali seperti semula (Mantovani, 2017). Reaksi esterifikasi *reversibel*, kesetimbangan didorong ke arah ester dengan menambahkan satu pereaksi berlebihan atau dengan mengeluarkan satu atau kedua-dua hasil reaksi (Fessenden and Fessenden, 1997).

Nilai FFA yang rendah ini dapat mengurangi kemungkinan terbentuknya sabun ketika minyak bereaksi dengan katalis pada proses transesterifikasi sehingga proses transesterifikasi akan berjalan lebih efisien (Mardawati, Efri;Hidayat, Mahdi, Siregar;

Rahmah, Devi, 2019). Pada penelitian ini, kadar FFA terbaik dihasilkan pada konsentrasi PTSA 2 % wt minyak, waktu reaksi 2 jam dan temperatur 65 °C sebesar 1,3177 % dan bilangan asam sebesar 0,8277 mg KOH/g.

2. Sintesis biodiesel melalui proses transesterifikasi dengan katalis CaO

Transesterifikasi merupakan reaksi antara trigliserida dengan alkohol bermassa molekul rendah seperti metanol, proses transesterifikasi digunakan dalam proses sintesis metil ester (biodiesel), dimana trigliserida akan direaksikan dengan metanol untuk membentuk metil ester dengan bantuan katalis basa (Feng et al., 2010; Colombo, Ender, and Barros, 2017). Penggunaan katalis CaO bertujuan untuk mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi reaksi namun tidak menggeser kesetimbangan (Al-Rasyid and Nasir, 2020).

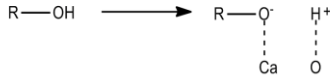
Reaksi transesterifikasi minyak merupakan bagian dari proses pembuatan biodiesel. Reaksi transesterifikasi dilakukan pada minyak yang mempunyai harga FFA yang rendah. Pada reaksi transesterifikasi digunakan labu alas bulat ukuran 100 mL yang dilengkapi kondensor refluks dan pendingin.

Pada tahap awal dicampurkan katalis CaO dengan metanol (Persen massa katalis terhadap minyak kopi 5% (b/b)). Katalis alkali seperti CaO memiliki banyak keunggulan dibandingkan katalis lain sehingga katalis ini dapat digunakan untuk produksi biodiesel dari ampas kopi. Penggunaan CaO 5 % berat minyak pada sintesis biodiesel ampas kopi mencapai hasil yield biodiesel sebesar 92% (Im and Yeom, 2020).

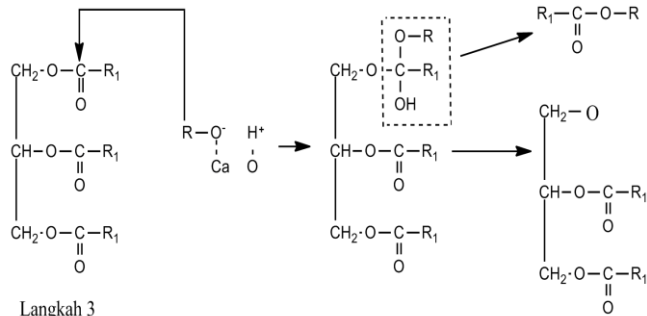
Campuran katalis dan metanol selanjutnya dituang ke dalam reaktor bersama 25 mL minyak dengan komposisi molar metanol: minyak 1:12.

Mekanisme reaksi transesterifikasi katalis basa terjadi dalam empat langkah. Pertama, dasar mengkatalisis reaksi dengan menghapus proton dari alkohol, rendering itu lebih nukleofilik. Kedua, antara tetrahedral yang dihasilkan oleh serangan nukleofilik dari alkali pada gugus karbonil dari trigliserida. Ketiga, ester alkil dan anion yang sesuai dari digliserida terbentuk. Dan akhirnya, katalis terdeprotonasinya dan meregenerasi spesies aktif yang bereaksi dengan molekul kedua alkohol, mulai siklus katalitik lain (Gambar 2.3) (Tshizanga, 2015).

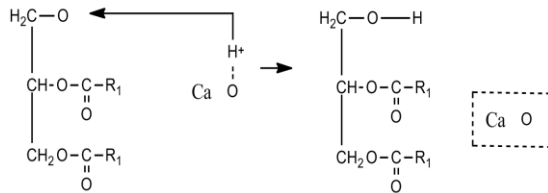
Langkah 1



Langkah 2



Langkah 3



Gambar 4. 6 Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Katalis CaO

Sumber: Liu et al., (2008); Marinković et al., (2016).

Mekanisme reaksi transesterifikasi yang dikatalisis CaO dapat dilihat pada gambar 4. 6 reaksi dimulai dengan serangan ion metoksida, yang melekat pada permukaan katalis, ke karbon karbonil dari molekul trigliserida untuk membentuk perantara tetrahedral. Pada langkah kedua, zat antara

tetrahedral mengambil atom H^+ dari permukaan CaO . Zat antara tetrahedral yang tidak stabil disusun kembali dan dipecah menjadi anion digliserida dan metil ester asam lemak. Anion digliserida kemudian distabilkan oleh proton dari permukaan katalis untuk membentuk digliserida dan pada saat yang sama situs aktif di permukaan katalis dibuat ulang. Kemudian, anion metoksida menyerang atom karbon karbonil lain dalam digliserida, membentuk mol metil ester dan monogliserida lainnya. Ketiga langkah ini diulangi sampai ketiga pusat karbonil trigliserida telah diserang oleh ion metoksida menghasilkan satu mol gliserol dan tiga mol metil ester (X. Liu et al., 2008; Marinković et al., 2016).

Minyak tersebut merupakan ester-ester asam lemak yang berasal dari alkohol tunggal, gliserol dan gliserida. Pemurnian dilakukan dengan menggunakan alat evaporator untuk menghilangkan sisa-sisa zat pengotor (Al-Rasyid and Nasir, 2020).

Setelah proses sintesis biodiesel dipisahkan dari katalis CaO dengan cara dekantasi, setelah itu diberi HCl 2 M untuk membersihkan sisa CaO yang masih terdapat didalam biodiesel dan ditambahkan n-heksana yang bertujuan melarutkan senyawa organik

yang ada dalam biodiesel sehingga bias terpisah dari lapisan air. Kemudian, diaduk selama 15 menit supaya reaksi berjalan optimal. Produk yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi selanjutnya didiamkan dan didinginkan hingga terbentuk dua lapisan, lapisan atas (biodiesel) dan lapisan bawah (gliserol). Setelah itu, campuran yang sudah diambil diuapkan menggunakan rotary evaporator hingga tidak ada gelembung lagi, produk kemudian dianalisis menggunakan GC-MS (Suprpto et al., 2016; Fitriyana and Kadarwati, 2012).

E. Analisis kualitas biodiesel

1. Analisis kandungan FAME, % FAME dan % Yield

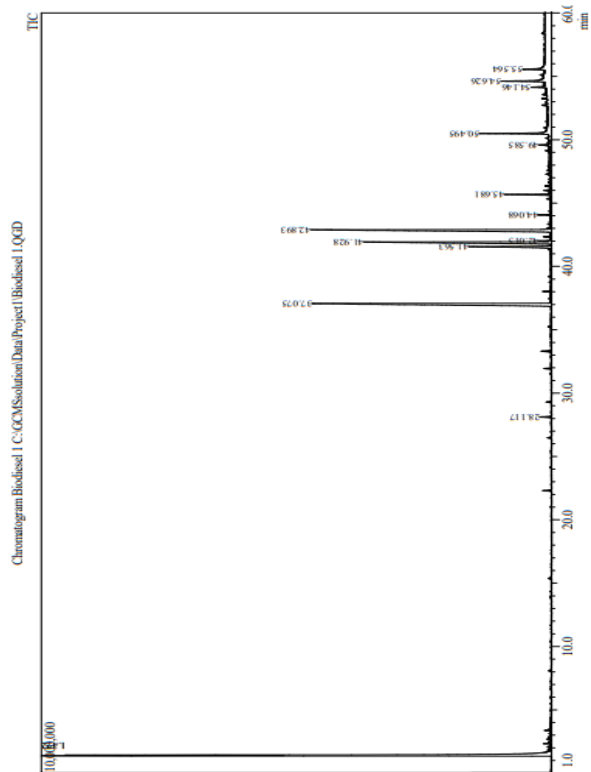
Biodiesel hasil sintesis dianalisis menggunakan instrumen GC-MS untuk mengetahui kandungan senyawa *fatty acid methyl ester* (FAME) dalam biodiesel tersebut ditunjukkan kromatogram gambar 4. 7, gambar 4. 8 dan gambar 4. 9. Hasil analisis GC-MS pada tabel 4. 14 menunjukkan bahwa senyawa metil ester sudah berhasil terbentuk. Analisis komposisi menunjukkan bahwa biodiesel minyak kopi terdiri dari ester metil jenuh dan tidak jenuh berupa asam linoleat, asam palmitat, asam oleat dan asam stearat (Haile,

Asfaw, and Asfaw, 2013) dan asam behenat, asam risinolat, asam arakidat dan asam linolenat.

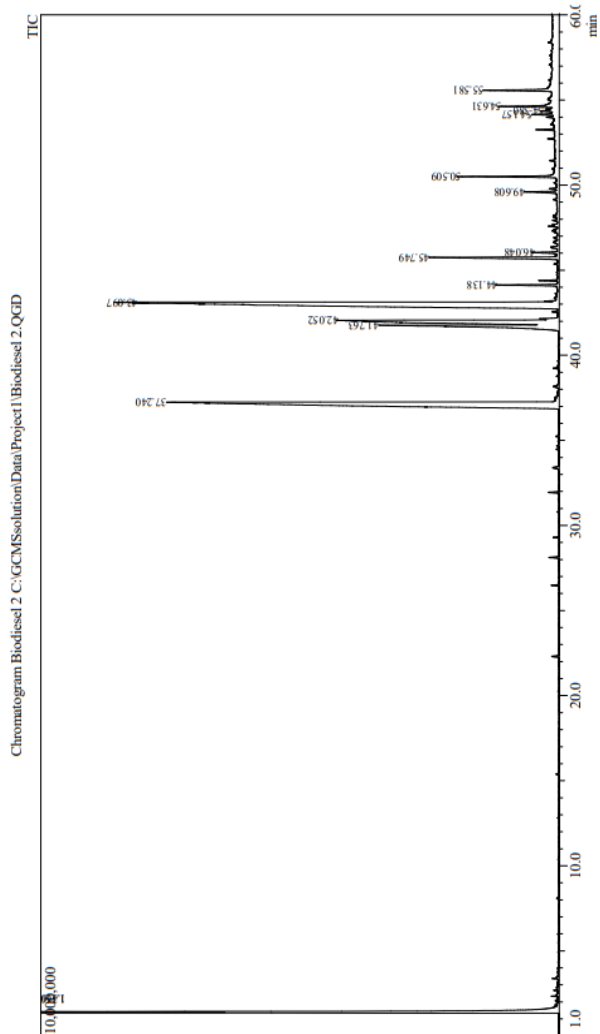
Tabel 4. 15 Hasil Analisis GC-MS

FAME	Biodiesel I (%)	Biodiesel II (%)	Biodiesel III (%)
Stearat	5,19	6,84	6,03
Oleat	16,02	12,56	12,26
Linoleat	21,34	32,04	32,19
Linolenat	0,52	1,06	0,92
Arakidat	2,17	3,75	2,92
Palmitat	25,61	27,73	27,78
Behenat	0,50	0,71	0,59
Risinoleat	-	0,33	-
Jumlah (%)	71,39	85,06	82,72

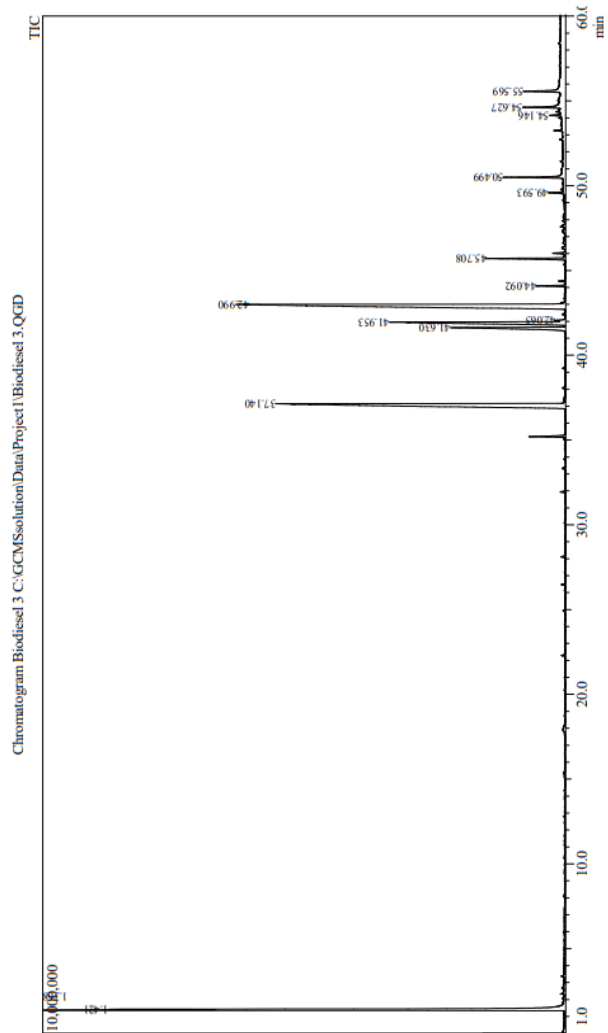
Analisis komposisi menunjukkan bahwa FAME biodiesel kopi dominan adalah C16:0 (Metil palmitat) dan C18:2 (Metil linoleat) (Y. Liu, Tu, Knothe, et al., 2017). Asam linoleat (18:2) adalah asam lemak yang dominan sehingga minyak kopi diekstraksi dan dikonversi melalui reaksi transesterifikasi basa metil asam lemak ester dapat menghasilkan biodiesel (Andrić et al., 2019). Komposisi FAME biodiesel kopi diperoleh dari kondisi optimal yaitu pada biodiesel II



Gambar 4. 7 Kromatogam GC-MS Biodiesel PTSA



Gambar 4. 8 Kromatogram GC-MS Biodiesel PTSA
2 %



Gambar 4. 9 Kromatogram GC-MS Biodiesel PTSA
3 %

Hasil analisis %Yield, %FAME dan %Konversi FFA dapat dilihat pada tabel 4. 6 bahwa untuk % yield FAME terbesar yaitu biodiesel II dengan katalis PTSA 2 % pada reaksi esterifikasi dan CaO 5 % pada reaksi transesterifikasi. Hal ini diperkirakan terjadi karena semakin rendah persentase katalis yang digunakan maka akan semakin tinggi yield biodiesel yang dihasilkan. Peningkatan yield ini tentunya dipengaruhi oleh rendahnya kadar FFA awal mengakibatkan terbentuknya gliserol yang lebih sedikit dan pembekuan pada variasi katalis yang lebih kecil sehingga yield biodiesel yang dihasilkan lebih besar (Pratama, Mardiana, and Niawanti, 2019).

Tabel 4. 16 Hasil Analisis % Yield, % FAME dan Konversi FFA

Biodiesel	Yield FAME (%)	FAME (%)	Konversi FFA (%)
Biodiesel I PTSA 1 %	27,64	71,39	58,82
Biodiesel II PTSA 2 %	36,81	85,06	76,47
Biodiesel III PTSA 3 %	33,35	82,72	70,58

2. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam

Kadar asam lemak bebas (FFA) dan Bilangan asam dari biodiesel ditentukan untuk mengetahui seberapa efektif katalis dalam mengurangi kadar FFA. Untuk menghitung kadar asam lemak bebas digunakan metode titrasi asam basa menggunakan indikator *phenolphthalein* (PP) dan dititrasi menggunakan KOH.

Berdasarkan tabel 4. 7 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan bilangan asam dan kadar FFA biodiesel. Nilai bilangan asam terendah (0,9460) dan FFA terendah (1,5059 %) terdapat pada biodiesel II yang menggunakan katalis PTSA 2 % dan CaO 5 %.

Tabel 4. 7 Hasil Analisis Kadar FFA, Bilangan Asam dan Yield Biodiesel

Biodiesel	Asam lemak bebas (FFA) (%)	Bilangan asam (mg KOH/g)	Yield Biodiesel (%)
Biodiesel I PTSA 1 %	2,6354	1,6555	28,66
Biodiesel II PTSA 2 %	1,5059	0,9460	35,52
Biodiesel III PTSA 3 %	1,8824	1,1825	34,43

3. Penentuan densitas

Densitas dari biodiesel yang dihasilkan dihitung untuk mengetahui apakah biodiesel yang dihasilkan sudah sesuai dengan standar SNI atau belum. Perhitungan densitas dilakukan dengan menggunakan piknometer pada suhu ruang. Hasil pengukuran massa jenis dapat dilihat pada tabel 4. 8.

Tabel 4. 17 Hasil Pengukuran Densitas

Biodiesel	Densitas (g/ml)
SNI-7182:2015	0,850 – 0,890
Biodiesel I	0,843
Biodiesel II	0,888
Biodiesel III	0,906

Berdasarkan tabel 4. 8 dapat dilihat bahwa densitas biodiesel hasil sintesis memiliki densitas yang bervariasi. Semakin tinggi persentase katalis yang digunakan maka semakin kecil densitas yang dihasilkan (Pratama, Mardiana, and Niawanti, 2019). Perbedaan nilai densitas tersebut dipengaruhi oleh faktor gliserol yang terdapat dalam metil ester dan proses pencucian serta pemurnian yang kurang sempurna (Busyairi et al., 2020). Biodiesel yang sesuai dengan SNI-7182:2015 ditunjukkan dengan biodiesel II (PTSA 2 % dan CaO 5 % wt minyak) dengan nilai densitas 0,888 %.

Untuk dapat digunakan sebagai bahan bakar minyak, biodiesel yang berasal dari minyak nabati dicampur dengan solar dengan perbandingan 30 % minyak nabati dengan 70 % solar atau yang dikenal dengan B30 sehingga menghasilkan bahan bakar yang

dapat menggerakkan mesin. Biodiesel menjadi penting, tidak lain karena kebutuhan energi yang makin meningkat, sumber energi fosil yang semakin menipis serta banyak keuntungan yang akan diperoleh dengan pemanfaatan sumber-sumber energi terbarukan. Penggunaan biodiesel dapat meningkatkan kualitas lingkungan karena bersifat *degradable* (mudah terurai) dan emisi yang dikeluarkan lebih rendah dari emisi hasil pembakaran bahan bakar fosil sehingga biodiesel lebih bersih dan lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan penggunaan bahan bakar dari energi fosil (ESDM, 2020).

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Dari penelitian dan pembahasan yang sudah diuraikan, dapat disimpulkan bahwa

1. Katalis CaO telah berhasil disintesis dengan metode kalsinasi. Hasil spektrum XRF menunjukkan cangkang kerang mengandung CaO sebesar 98,90 % dan elemen terbesar berupa Ca. Hasil difraktogram XRD menunjukkan puncak-puncak khas milik CaO pada sudut 2θ : $32,20^\circ$, $37,17^\circ$, $53,94^\circ$, $54,0689^\circ$, $64,1847^\circ$ dan $67,4193^\circ$. Hasil spektra FTIR menunjukkan peak-peak yang khas milik CaO yaitu adanya vibrasi ulur dari O-H hidroksida pada bilangan gelombang $3643,59\text{ cm}^{-1}$, 3436 cm^{-1} , 1642 cm^{-1} , $1472,62\text{ cm}^{-1}$, $3421,70\text{ cm}^{-1}$ dan bilangan gelombang $553,48\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ikatan Ca-O.
2. Uji aktivitas katalitik katalis PTSA sebagai katalis reaksi esterifikasi dalam sintesis biodiesel dapat penurunan nilai FFA minyak menjadi $<5\%$.
3. Biodiesel hasil sintesis optimal yaitu dengan menggunakan katalis PTSA 2% wt minyak dan CaO 5% wt minyak mempunyai karakteristik bilangan

asam sebesar 0,9460 mg KOH/g, mempunyai %FFA sebesar 1,5059 % dan densitas sebesar 0,888 g/mL. Dari hasil analisis GC-MS didapatkan hasil % FAME yang dihasilkan sebanyak 85,06 %, yield FAME sebesar 36,81 % dan yield biodiesel sebesar 35,52 %. Analisis komposisi menunjukkan bahwa FAME biodiesel kopi dominan adalah C16:0 (Metil palmitat) dan C18:2 (Metil linoleat).

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan, biodiesel minyak kopi sudah berhasil disintesis dengan menggunakan katalis PTSA (1 %, 2 % dan 3 % wt minyak) dan CaO 5 % wt minyak. Akan tetapi perlu dilakukan beberapa hal untuk penelitian selanjutnya agar diperoleh hasil yang lebih optimal, diantaranya:

1. Perlu dilakukan metode lain (selain metode sokhletasi) untuk mendapatkan minyak kopi dari ampas kopi misalnya dengan metode press atau sebagainya.
2. Perlu ditambahkan variasi katalis PTSA (*p*-Toluena Sulfonate Acid) dalam reaksi esterifikasi minyak kopi supaya nilai FFA nya menjadi rendah (<1%).
3. Perlu ditambahkan optimasi rasio antara katalis PTSA dan CaO dalam sintesis biodiesel minyak kopi.

4. Menambah analisa GC-MS (*Gas Chromatogafy Mass Spectrometry*) setelah tahap esterifikasi minyak untuk mengetahui kandungan ester pada minyak.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, Ilham. 2017. "PEMANFAATAN LIMBAH CANGKANG KERANG DARAH (Anadara Granosa) SEBAGAI BAHAN ABRASIF DALAM PASTA GIGI Utilization of Waste Shells of Blood (Anadara Granosa) as Abrasive Ingredients in Toothpaste." *Jurnal Galung Tropika* 6 (1): 49–59.
- Akbar, Faisal, Retno Kusumaningrum, Miraj S. Jamil, Alfian Noviyanto, Wahyu B. Widayatno, Agus S. Wismogroho, and Nurul T. Rochman. 2019. "Sintesis Ca 2 P 2 O 7 Dari Limbah Kerang Dengan Metode Solvothermal." *JURNAL FISIKA DAN APLIKASINYA* 15. <https://doi.org/10.12962/j24604682.v15i3.4707>.
- Al-Hamamre, Zayed, Sascha Foerster, Franziska Hartmann, Michael Kröger, and Martin Kaltschmitt. 2012. "Oil Extracted from Spent Coffee Grounds as a Renewable Source for Fatty Acid Methyl Ester Manufacturing." *Fuel* 96 (June): 70–76. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2012.01.023>.
- Al-Rasyid, Harun, and Rahmad Nasir. 2020. "KINETIKA REAKSI TRANSESTERIFIKASI MINYAK BIJI KETAPANG (Terminalia Catappa L) PADA PROSES PRODUKSI METIL ESTER THE KINETICS OF THE TRANSESTERIFICATION REACTION OF KETAPANG OIL SEEDS (Terminalia Catappa

- L) OF METHYL ESTER PRODUCTION PROCESS." *J. Pijar MIPA* 15 (1): 77–87. <https://doi.org/10.29303/jpm.v15i1>.
- Andrić, I, A Pina, P Ferrão, J Fournier, B Lacarrière, O Le Corre, M N Uddin, et al. 2019. "ScienceDirect ScienceDirect The 15th International Symposium on District Heating and Cooling Assessing the Feasibility of Using the Heat Demand-Outdoor Temperature Function for a Long-Term District Heat Demand Forecast-Review under Responsibility of the Scientific Committee of The 15th International Symposium on District Heating and Cooling. ScienceDirect Waste Coffee Oil: A Promising Source for Biodiesel Production." *Energy Procedia* 160: 13–15. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2019.02.221>.
- Anhar Rozi, Sugeng Heri Suseno, Agoes Mardiono Jacob. 2016. "Extraction and Characterization of Liver Oil from Silky Shark." *JPHPI* 19: 100–109. <https://doi.org/10.17844/jphpi.2016.19.2.100>.
- Arita, Susila, Adelia Sartika Adipati, and Deasy Puspita Sari. 2014. "Cangkang Kerang Darah Reaksi Transesterifikasi Dari Crude Palm Oil." *Jurnal Teknik Kimia* 20 (3): 31–37.
- Arthaviana, Jessy Hendra. 2011. "Limbah Ampas Kopi Sebagai Alternatif Bahan Bakar Kendaraan."
- Asmi, D., and A. Zulfia. 2017. "Blood Cockle Shells Waste as Renewable Source for the Production of Biogenic CaCO₃ and Its Characterisation." *IOP Conference Series: Earth and*

<https://doi.org/10.1088/1755-1315/94/1/012049>.

- Birla, Ashish, Bhaskar Singh, S N Upadhyay, and Y C Sharma. 2012. "Kinetics Studies of Synthesis of Biodiesel from Waste Frying Oil Using a Heterogeneous Catalyst Derived from Snail Shell." *Bioresource Technology* 106: 95–100. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.11.065>.
- Blinová, Lenka, Alica Bartošová, and Maroš Sirotiak. 2017. "BIODIESEL PRODUCTION FROM SPENT COFFEE GROUNDS" 25: 40. <https://doi.org/10.1515/rput-2017-0013>.
- Boualadab, Chaima. 2016. "Valorization of Waste Coffee Grounds into Biodiesel Final Report."
- BSNi. 2015. "Standar Nasional Indonesia SNI Biodiesel." *Standar Nasional Indonesia ICS*. Jakarta.
- Buasri, Achanai, Nattawut Chaiyut, Vorrada Loryuenyong, Phatsakon Worawanitchaphong, and Sarinthip Trongyong. 2013. "Calcium Oxide Derived from Waste Shells of Mussel, Cockle, and Scallop as the Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production." *The Scientific World Journal* 2013. <https://doi.org/10.1155/2013/460923>.
- Burton, Rachel, Xiaohu Fan, and Greg Austic. 2010. "Evaluation of Two-Step Reaction and Enzyme Catalysis Approaches for Biodiesel Production from Spent Coffee Grounds." *International Journal of Green Energy* 7 (5): 530–36.

<https://doi.org/10.1080/15435075.2010.515444>.

- Busyairi, Muhammad, Aufar Za'im Muttaqin, Ika Meicahyanti, and Saryadi Saryadi. 2020. "Potensi Minyak Jelantah Sebagai Biodiesel Dan Pengaruh Katalis Serta Waktu Reaksi Terhadap Kualitas Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi." *Jurnal Serambi Engineering* 5 (2): 933–40. <https://doi.org/10.32672/jse.v5i2.1920>.
- Cameron, Amanda, and Sean O'malley. 2016. "Coffee Ground Recovery Program Feasibility Study Report: Summary," no. January 2016: 1–18.
- Chun, Adrian, Minh Loy, Armando T Quitain, Man Kee, Suzana Yusup, Mitsuru Sasaki, and Tetsuya Kida. 2019. "Development of High Microwave-Absorptive Bifunctional Graphene Oxide- Based Catalyst for Biodiesel Production." *Energy Conversion and Management* 180 (November 2018): 1013–25. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2018.11.043>.
- Colombo, Kamila, Laercio Ender, and António André Chivanga Barros. 2017. "The Study of Biodiesel Production Using CaO as a Heterogeneous Catalytic Reaction." *Egyptian Journal of Petroleum* 26 (2): 341–49. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2016.05.006>.
- Crater, Gale. 2016. "INVESTIGATION OF AQUEOUS PROCESSES IN THE VALLE GRANDE PALEO-LAKE , VALLES CALDERA AS A MARTIAN ANALOG ; CHEMCAM INVESTIGATION OF

THE JOHN KLEIN AND CUMBERLAND DRILL HOLES AND."

Dang, Chi-Hien, and Thanh-Danh Nguyen. 2018. "Physicochemical Characterization of Robusta Spent Coffee Ground Oil for Biodiesel Manufacturing." *Waste and Biomass Valorization* 10 (9): 2703–12. <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0287-9>.

Dewi Susiana, Ayu. 2014. "SKRIPSI OPTIMASI SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK AMPAS KOPI ARABIKA OPTIMIZATION OF BIODIESEL SYNTHESIS FROM ARABICA'S COFFEE GROUNDS OIL PROGRAM STUDI S1 KIMIA JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS GADJAH MADA YOGYAKARTA."

Dianpratiwi, Trikuntari. 2020. "Analisis Kinerja Dan Prospek Komoditas Gula." *Analisis Dan Opini Perkebunan* 1 (2): 1–7.

ESDM. 2020. *Energi Kolaborasi Bahan Bakar Masa Depan*.

Ezzah-Mahmudah, S., Ibrahim M. Lokman, Mohd Izham Saiman, and Yun Hin Taufiq-Yap. 2016. "Synthesis and Characterization of Fe₂O₃/CaO Derived from Anadara Granosa for Methyl Ester Production." *Energy Conversion and Management* 126: 124–31. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.07.072>.

Faizal, Muhammad, Ulfa Maftuchah, and Wika Atro Auriyani. 2013. "Pengaruh Kadar Metanol, Jumlah Katalis, Dan Waktu Reaksi Pada Pembuatan Biodiesel Dari Lemak Sapi

Melalui Proses Transesterifikasi.” *Jurnal Teknik Kimia* 19 (4): 29–37.

Fatmawati, Hikmah, Wellyana Puspitasari, Rohini Pujiarti, Sesy Ardianti, and Is Fatimah. 2018. “Pengaruh Berat Cao Dari Cangkarong Keong Sawah (*Pila ampullacea*) Pada Aktivitasnya Sebagai Katalis Heterogen Pada Konversi Biodiesel Dari Minyak Bekatul.” *Eksakta: Jurnal Ilmu-Ilmu MIPA* 18 (9): 64–73.

Feng, Yaohui, Benqiao He, Yuhe Cao, Jianxin Li, Meng Liu, Feng Yan, and Xiaoping Liang. 2010. “Biodiesel Production Using Cation-Exchange Resin as Heterogeneous Catalyst.” *Bioresource Technology* 101 (5): 1518–21. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.07.084>.

Fessenden, Ralph J., and Joan S. Fessenden. 1997. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Edited by Sukmariah Maun, Kamianti, Tilda S. Sally, and David Pang. Jakarta Barat: Binarupa Aksara.

Fitriana, Eka Dewi. 2016. “SYNTHESIS OF THREE 4-NITROINDOLE-3-CARBOXALDEHYDE DERIVATIVES.” Surabaya.

Fitriyana, Luluk Amnah, and Sri Kadarwati. 2012. “PRODUKSI BIODIESEL DARI DEDAK PADI (Rice Bran) MELALUI DUA TAHAP REAKSI IN-SITU.” *Indonesian Journal of Chemical Science* 1 (2).

Guan, Guoqing, Katsuki Kusakabe, Nozomi Sakurai, and Kimiko Moriyama. 2008. “Transesterification of Vegetable Oil to

Biodiesel Fuel Using Acid Catalysts in the Presence of Dimethyl Ether.” *Fuel* 88: 81–86.
<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2008.07.021>.

Habibullah, M. 2018. *Statistik Kopi Indonesia 2017*. Jakarta.

Hafiz, Fadlillahi, Zuchra Helwani, Edy Saputra, and Jurusan Teknik Kimia. 2017. “Sintesis Katalis Basa Padat Nanomagnetik CaO/Serbuk Besi Untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Off Grade Menjadi Biodiesel.” *Jom FTEKNIK*. Vol. 4.

Haile, Mebrahtu, Araya Asfaw, and Nigist Asfaw. 2013. “Investigation of Waste Coffee Ground as a Potential Raw Material for Biodiesel Production.” *International Journal of Renewable Energy Research* 3 (4): 854–60.
<https://doi.org/10.20508/ijrer.23113>.

Hairunisa, Anis Shofiyani, and Intan Syahbanu. 2019. “SINTESIS KALSIUM OKSIDA DARI CANGKANG KERANG ALE-ALE (Meretrix Meretrix) PADA SUHU KALSINASI 700°C” 8 (1): 36–40.

Hanif, Muhammad, Fahmi Alif, Utama Harahap, Yuli Darni, and Simparmin Br Ginting. 2019. “Extraction and Characterization of Coffee Oil From Instant-Coffee Waste.” *Jurnal Bahan Alam Terbarukan* 8 (1): 59–64.
<https://doi.org/10.15294/jbat.v8i1.18619>.

Hanif, Muhammad, and Herti Utami. 2019. “VARIASI WAKTU DAN MASSA AMPAS KOPI PADA LEACHING MINYAK DARI

RESIDU KOPI INSTAN VARIATION IN TIME AND MASS OF
SPENT COFFEE GROUND ON LEACHING OF OIL CONTENT
FROM INSTANT-COFFEE PULP."

Http://Journalbalitbangdalampung.Org 1 (1): 49–60.

Hayyan, Adeeb, M Z Alam, and S Mirghani, M E S., Kabbashi, N A.,
Hakimi, N I N M., Siran, Y M., Tahiruddin. 2010. "Production
of Biodiesel from Sludge Palm Oil by Esterification
Process." *Energy and Power Engineering* 4 (1): 11–17.

Hidayati, Nur, Tesa Suci Ariyanto, and Henri Septiawan. 2017.
"TRANSESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS MENJADI
BIODIESEL DENGAN KATALIS KALSIUM OKSIDA." *Jurnal
Teknologi Bahan Alam* 1 (1).

Huh, Jae Hoon, Young Hoon Choi, Chilakala Ramakrishna, Sun
Hee Cheong, and Ji Whan Ahn. 2016. "Use of Calcined
Oyster Shell Powders as CO₂ Adsorbents in Algae-
Containing Water." *Journal of the Korean Ceramic Society*
53 (4): 429–34.
<https://doi.org/10.4191/kcers.2016.53.4.429>.

Hussein, Abbas Ibrahim, Zuryati Ab-Ghani, Ahmad Nazeer Che
Mat, Nur Atikah Ab Ghani, Adam Husein, and Ismail Ab
Rahman. 2020. "Synthesis and Characterization of
Spherical Calcium Carbonate Nanoparticles Derived from
Cockle Shells." *Applied Sciences (Switzerland)* 10 (20): 1–
14. <https://doi.org/10.3390/app10207170>.

Im, Gahee, and Sung Ho Yeom. 2020. "Repeated Biodiesel

- Production from Waste Coffee Grounds via a One-Step Direct Process with a Cartridge Containing Solid Catalysts Manufactured from Waste Eggshells." *Biotechnology and Bioprocess Engineering* 25 (4): 623–32. <https://doi.org/10.1007/s12257-019-0369-y>.
- Imani, Rafki, Nugrafindo Yanto, and Masayuki Susiwa. 2019. "Pengaruh Penambahan Abu Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) Sebagai Agregat Halus Terhadap Kuat Tekan Beton." *Majalah Ilmiah UPI YPTK* 26 (1): 14–23.
- Imtihan, Rizky. 2014. "BIOMETRIKA KERANG DARAH PADA TAMBAK BUDIDAYA DI DESA MENCOK KECAMATAN WEDUNG." *JOURNAL*. Vol. 3.
- Intan, By, Afrizal Tanjung, and Irvina Nurrachmi. 2007. "KERANG DARAH (Anadara Granosa) ABUNDANCE IN COASTAL WATER OF TANJUNG BALAI ASAHAN NORTH SUMATERA."
- Issariyakul, Titipong, and Ajay K Dalai. 2014. "Biodiesel from Vegetable Oils." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 31: 446–71. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2013.11.001>.
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis Untuk Konversi Energi Fundamental Dan Aplikasi*. Cetakan 1. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Istiningrum, Reni Banowati, Hastin Nurrokhmah, and Sri Wahyuni. 2018. "Analisis Komposisi Biodiesel Hasil Konversi Minyak Biji Carica (Carica Pubescens)

Menggunakan Enzim Lipase Bekatul." *Ind. J. Chem. Anal* 01 (01).

Kasirajan, Ramachandran, and Wondwosen Sime. 2017. "Two Step Process for Biodiesel Production from Ethiopian Energy Source of Coffee Spent Ground Waste." *International Journal of Scientific & Engineering Research* 8 (8).

Kavitha, V., V. Geetha, and P. Jennita Jacqueline. 2019. "Production of Biodiesel from Dairy Waste Scum Using Eggshell Waste." *Process Safety and Environmental Protection* 125: 279–87.
<https://doi.org/10.1016/j.psep.2019.03.021>.

Kee Lam, Man, Keat Teong Lee, and Abdul Rahman Mohamed. 2010. "Homogeneous, Heterogeneous and Enzymatic Catalysis for Transesterification of High Free Fatty Acid Oil (Waste Cooking Oil) to Biodiesel: A Review." *Biotechnology Advances* 28: 500–518.
<https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2010.03.002>.

Khabuanchalad, Supatra, Natkanin Supamathanon, and Sudarat Sombatsri. 2017. "Removal of Free Fatty Acid in Soybean Oil by Using KHSO₄ Supported on Mordenite Zeolite." *International Journal of Renewable Energy* 12 (December): 107–17.

Khachani, M., A. El Hamidi, M. Halim, and S. Arsalane. 2014. "Non-Isothermal Kinetic and Thermodynamic Studies of

the Dehydroxylation Process of Synthetic Calcium Hydroxide Ca(OH)_2 .” *Journal of Materials and Environmental Science* 5 (2): 615–24.

Kirubakaran, K., and V. Arul Mozhi Selvan. 2018. “Eggshell as Heterogeneous Catalyst for Synthesis of Biodiesel from High Free Fatty Acid Chicken Fat and Its Working Characteristics on a CI Engine.” *Journal of Environmental Chemical Engineering* 6 (4): 4490–4503. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.06.027>.

Kolo, Sefrinus M D, Rikson A F Siburian, and Theodore Y K Lulan. 2016. “Produksi Biodiesel Dari Minyak Biji Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*)” *Bio-Edu* 1 (1): 6–8.

Kondamudi, Narasimharao, Susanta K Mohapatra, and Mano Misra. 2008. “Spent Coffee Grounds as a Versatile Source of Green Energy.” *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 56 (24): 11757–60. <https://doi.org/10.1021/jf802487s>.

Krishnamurthy, K. N., S. N. Sridhara, and C. S. Ananda Kumar. 2020. “Optimization and Kinetic Study of Biodiesel Production from *Hydnocarpus Wightiana* Oil and Dairy Waste Scum Using Snail Shell CaO Nano Catalyst.” *Renewable Energy* 146: 280–96. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.06.161>.

Kurniawan, Akhmad, Muchammad Nizar, Muhammad Rijal, Redy Bagas, and Woro Setyarsih. 2014. “STUDI PENGARUH VARIASI SUHU KALSINASI TERHADAP KEKERASAN

BENTUK MORFOLOGI, DAN ANALISIS POROSITAS NANOKOMPOSIT CAO/SiO₂ UNTUK APLIKASI BAHAN BIOMATERIAL.” *Jurnal Pendidikan Fisika Dan Aplikasinya (JPFA)* 4 (2).

Lestari, Pratiwi Putri. 2019. “BIODIESEL DARI SAWIT DENGAN KATALIS KALSINASI CANGKANG KERANG DARAH.” *Ready Star* 2 (1): 37–43.

Lim, Riky, Deog Keun Kim, and Jin Suk Lee. 2020. “Reutealis Trisperma Oil Esterification: Optimization and Kinetic Study.” *Energies* 13 (6): 1–12.
<https://doi.org/10.3390/en13061513>.

Limantara, J., P. E. D. Tedjokoesoemo, and M. T. Rizqy. 2019. “Penggunaan Ampas Kopi Sebagai Material Alternatif Pada Produk Interior.” *Jurnal Intra* 7 (2): 846–49.

Linggawati, Amilia, Sofia Anita, and Tengku Ariful Amri. 2016. “Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from Anadara Granosa Shell for Biodiesel Synthesis Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from AnadaraGranosaShell for Biodiesel Syn.” *Environment and Renewable Energy* 1 (1).
<https://doi.org/10.18502/keg.v0i0.494>.

Liu, Xuejun, Huayang He, Yujun Wang, Shenlin Zhu, and Xianglan Piao. 2008. “Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using CaO as a Solid Base Catalyst” 87: 216–21.

<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2007.04.013>.

Liu, Yang, Qingshi Tu, Gerhard Knothe, and Mingming Lu. 2017.

“Direct Transesterification of Spent Coffee Grounds for Biodiesel Production.” *Fuel* 199: 199 157-161.

<https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.02.094>.

Liu, Yang, Qingshi Tu, Mingming Lu, and Gerhard Knothe. 2017.

“Direct Transesterification of Spent Coffee Grounds for Biodiesel Production Article in Fuel · Ultrasound Switchable Fluorescence Medical Imaging View Project Resource Efficiency & Climate Change View Project Direct Transesterification of Spent Coffee Grounds for Biodiesel Production.” <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.02.094>.

Loy, Chee Wah, Khamirul Amin Matori, Way Foong Lim, Siegbert

Schmid, Norhazlin Zainuddin, Zaidan Abdul Wahab, Zarifah Nadakkavil Alassan, and Mohd Hafiz Mohd Zaid. 2016.

“Effects of Calcination on the Crystallography and Nonbiogenic Aragonite Formation of Ark Clam Shell under Ambient Condition.” *Advances in Materials Science and Engineering* 2016.

<https://doi.org/10.1155/2016/2914368>.

Mansir, Nasar, Hwa Teo, Umer Rashid, Mohd Izham Saiman, Yen

Ping Tan, G Abdulkareem Alsultan, and Yun Hin Taufiq-Yap. 2017. “Modified Waste Egg Shell Derived Bifunctional Catalyst for Biodiesel Production from High FFA Waste Cooking Oil. A Review.”

<https://doi.org/10.1016/j.rser.2017.10.098>.

- Mantovani, Seftiana Annisa. 2017. "Pengaruh Jumlah Katalis Dan Waktu Reaksi Terhadap Konversi Biodiesel Dari Minyak Jelantah Dengan Katalis CaO Dari Kulit Telur." *Skrisi Jurusan Teknik Kimia FT Universitas Muhammadiyah Surakarta*.
- Mardawati, Efri;Hidayat, Mahdi, Siregar; Rahmah, Devi, Maulida; Rosalinda. 2019. "Jurnal Industri Pertanian." *Jurnal Industri Pertanian* 01 (03): 61–69.
- Maria de Brito Alves, Rita, Claudio Augusto Oller do Nascimento, Evaristo Chalbaud Biscaia Jr, Fernando LP Pessoa, Shayane P Magalhães, and Pedro WC Falcão. 2009. "Kinetic Study of Biodiesel Production by Enzymatic Transesterification of Vegetable Oils." Vol. 27. [https://doi.org/10.1016/S1570-7946\(09\)70692-3](https://doi.org/10.1016/S1570-7946(09)70692-3).
- Marinković, Dalibor M., Miroslav V. Stanković, Ana V. Veličković, Jelena M. Avramović, Marija R. Miladinović, Olivera O. Stamenković, Vlada B. Veljković, and Dušan M. Jovanović. 2016. "Calcium Oxide As A Promising Heterogeneous Catalyst For Biodiesel Production: Current State And Perspectives." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.12.007>.
- Mayasari Anisah, Putri, Suwandi, and Egi Agustian. 2018. "PENGARUH WAKTU TRANSESTERIFIKASI TERHADAP KONVERSI MINYAK JELANTAH MENJADI BIODIESEL

EFFECT OF TRANSESTERIFICATION TIME ON THE
RESULT OF WASTE COOKING OIL CONVERSION TO
BIODIESEL” 1: 916.

Migas. 2019. “Meningkatkan PRODUKSI MINYAK BUMI.”

Mirghiasi, Zahra, Fereshteh Bakhtiari, and Esmaeel Darezereshki. 2014. “Journal of Industrial and Engineering Chemistry Preparation and Characterization of CaO Nanoparticles from Ca (OH) 2 by Direct Thermal Decomposition Method.” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20 (1): 113–17.
<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.04.018>.

Muanruksa, Papasanee, James Winterburn, and Pakawadee Kaewkannetra. 2019. “A Novel Process for Biodiesel Production from Sludge Palm Oil.” *MethodsX* 6: 2838–44.
<https://doi.org/10.1016/j.mex.2019.09.039>.

Mueanmas, Chokchai, Ruamporn Nikhom, Anida Petchkaew, Jutarut Iewkittayakorn, and Kulchanart Prasertsit. 2019. “Extraction and Esterification of Waste Coffee Grounds Oil as Non-Edible Feedstock for Biodiesel Production.” *Renewable Energy* 133: 1414–25.
<https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.08.102>.

Musa, Bulkis, Indah Raya, and Hasnah Natsir. 2016. “Synthesis and Characterizations of Hydroxyapatite Derived Blood Clam Shells (Anadara Granosa) and Its Potency to Dental Remineralizations.” *International Journal of Applied*

Chemistry 12 (4): 527–38.

Mussatto, Solange I, Ercília M S Machado, Silvia Martins, and José A Teixeira. 2011. "Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues." *Food and Bioprocess Technology*. <https://doi.org/10.1007/s11947-011-0565-z>.

Najdanovic-Visak, Vesna, Florence Yee-Lam Lee, Marcia T Tavares, and Alona Armstrong. 2017. "Kinetics of Extraction and in Situ Transesterification of Oils from Spent Coffee Grounds." <https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.04.041>.

Nascimento, Luís Adriano S. Do, Rômulo S. Angélica, Carlos E.F. Da Costa, José R. Zamian, and Geraldo N. Da Rocha Filho. 2011. "Conversion of Waste Produced by the Deodorization of Palm Oil as Feedstock for the Production of Biodiesel Using a Catalyst Prepared from Waste Material." *Bioresource Technology* 102 (17): 8314–17. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.06.004>.

Nor, Wan, Nadyaini Wan, Nor Aishah, and Saidina Amin. 2011. "Optimization of Heterogeneous Biodiesel Production from Waste Cooking Palm Oil via Response Surface Methodology." *Biomass and Bioenergy* 35 (3): 1329–38. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.12.049>.

Nurhayati, Akmal Mukhtar, Abdul Gapur. 2014. "TRANSESTERIFIKASI CRUDE PALM OIL(CPO)

MENGGUNAKAN KATALIS HETEROGEN CaO DARI CANGKANG KERANG DARAH (Anadara Granosa) KALSINASI 900 o C." *Ind.Che.Acta* 5: 23–29.

Oko, Syarifuddin, and Mohammad Feri. 2019. "PENGEMBANGAN KATALIS CaO DARI CANGKANG TELUR AYAM DENGAN IMPREGNASI KOH DAN APLIKASINYA TERHADAP PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JARAK." *Jurnal Teknologi* 11 (2): 103–10. <https://doi.org/10.24853/jurtek.11.2.103-110>.

Oliveira, Leandro Soares, Leandro S Oliveira, Adriana S Franca, Rodrigo R S Camargos, and Vany P Ferraz. 2008. "Coffee Oil as a Potential Feedstock for Biodiesel Production Recovery of Polysaccharides from Agricultural Wastes to Produce Biodegradable Films View Project Harvest Process View Project Coffee Oil as a Potential Feedstock for Biodiesel Production." *Bioresource Technology* 99 (8): 3244–50. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.05.074>.

Ong, H C, A S Silitonga, H H Masjuki, T M I Mahlia, W T Chong, and M H Boosroh. 2013. "Production and Comparative Fuel Properties of Biodiesel from Non-Edible Oils: Jatropha Curcas, Sterculia Foetida and Ceiba Pentandra." *Energy Conversion and Management* 73: 245–55. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2013.04.011>.

Pathak, Swarnali. 2015. "Acid Catalyzed Transesterification." *Available Online Wwww.Jocpr.Com Journal of Chemical and*

Pharmaceutical Research 7 (3): 1780–86.

Pejov, Ljupčo, Mirjana Ristova, and Bojaň Soptrajanov. 2011.

“Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy Quantum Chemical Study of p-Toluenesulfonic Acid, p-Toluenesulfonate Anion and the Water-p-Toluenesulfonic Acid Complex. Comparison with Experimental Spectroscopic Data.” *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 79: 27–34. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2011.01.007>.

Poosumas, Jutipong, Kanokwan Ngaosuwan, Armando T

Quitain, and Suttichai Assabumrungrat. 2016. “Role of Ultrasonic Irradiation on Transesterification of Palm Oil Using Calcium Oxide as a Solid Base Catalyst.” *ENERGY CONVERSION AND MANAGEMENT* 120: 62–70. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.04.063>.

Pratama, Reysha Vinanza, Mardiana Mardiana, and Helda

Niawanti. 2019. “Pemanfaatan Limbah Lemak Ayam Broiler (*Gallus Domesticus*) Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi.” *Jurnal Chemurgy* 2 (2): 6. <https://doi.org/10.30872/cmg.v2i2.2232>.

Purwanto, Purwanto -, and Gilang Diasmara. 2020.

“Pemanfaatan Limbah Ampas Kopi Menjadi Bahan Komposit Sebagai Bahan Dasar Alternatif Pembuatan Produk Dompot.” *Jurnal Strategi Desain Dan Inovasi Sosial*

1 (2): 175. <https://doi.org/10.37312/jsdis.v1i2.2351>.

Puspita, Elisa. 2018. "Sintesis Dan Karakterisasi Kalsium Silikat Berbahan Dasar Cangkang Kerang Darah Pada Suhu Kalsinasi 1000 OC." *Skripsi*.

Putri Mekar Insani S, and Rahmatsyah. 2021. "Analisis Pola Struktur Kalsium Karbonat (CaCO_3) Pada Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) Di Bukit Kerang Kabupaten Aceh Tamiang." *Jurnal Teori Dan Aplikasi Fisika* 9 (1): 23–32. <https://doi.org/10.23960/jtaf.v9i1.2717>.

Raba, Angela, Jose Jose, and Barba Ortega. 2016. "SYNTHESIS OF CALCIUM OXIDE BY MEANS OF TWO DIFFERENT CHEMICAL SYNTHESIS OF CALCIUM OXIDE BY MEANS OF," no. December.

Rachman, Aulia Novita. 2016. "Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Tembakau Dengan."

Rahmaniah. 2019. "SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROKSIAPATIT DARI CANGKANG KERANG DARAH (Anadara Granosa) SEBAGAI BAHAN BAKU SEMEN TAMBAL GIGI." *Teknosains: Media Informasi Sains Dan Teknologi* 13 (1): 27–32. <https://doi.org/10.24252/teknosains.v13i1.7832>.

Ramdhani, Timojo Ikhsan. 2017. "Sintesis Dan Karakterisasi Katalis CaO /Zeolit Nanopartikel Untuk Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit." Semarang.

Refaat;, A A, N K Attia, H A Sibak, S T El Sheltawy, and G I

- Eldiwani. 2008. "Production Optimization and Quality Assessment of Biodiesel from Waste Vegetable Oil." *Int. J. Environ. Sci. Tech* 5 (1): 75–82.
- Ren, Yi-Ming, Zhi-Chuan Wu, Ren-Chun Yang, Ting-Xian Tao, Juan-Juan Shao, YA-Guang Gao, Shuai Zhang, and Long Li. 2013. "A Simple Procedure for the Esterification and Transesterification Using P-Toluene Sulfonic Acid as Catalyst." *Advanced Materials Research* 781–784: 256–62. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.781-784.259>.
- Resaldi, Muhammad Firdan, Widyasri Prananingrum, and Twi Agnita Cevant. 2018. "Karakteristik CaCO_3 Dari Hasil Sintesis Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) Dengan Variasi Suhu Kalsinasi," 1–11.
- Rezende, Michelle J.C., and Angelo C. Pinto. 2016. "Esterification of Fatty Acids Using Acid-Activated Brazilian Smectite Natural Clay as a Catalyst." *Renewable Energy* 92: 171–77. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2016.02.004>.
- Rivai, Mira, Yuni Astuti, Erliza Hambali, Pudji Permadi, Ani Suryani, and Ari Imam Sutanto. 2017. "Selection of PTSA Catalyst Concentration for the Synthesis Alkyl Polyglycosides from Fatty Alcohol (C16) and Glucose Syrup 85%." Vol. 2.
- S.Y. Hayyan A, Alam MZ, Mirghani MES, Kabbashi NA, Hakimi NINM. 2010. "Sludge Palm Oil as a Renewable Raw Material

for Biodiesel Production by Two- Step Processes.”

Bioresour

Technol.

<https://doi.org/http://dx.doi.org/%0A10.1016/j.biortech.2010.05.045>.

Sahay, Rahul, Hashina Parveen, Anupama Sargur Ranganath, V Anand Ganesh, and Avinash Baji. 2013. “RSC Advances.”

Saini, Rummi Devi. 2017. “Conversion of Waste Cooking Oil to Biodiesel.” *International Journal of Petroleum Science and Technology*. Vol. 11.

Santoso, Herry, Ivan Kristianto, Aris Setyadi, Lembaga Penelitian, and Dan Pengabdian Kepada Masyarakat. 2013. “Pembuatan Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen Berbahan Dasar Kulit Telur.”

Scholarworks, Sfa, and Amanda Raley. 2018. “SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF BIODIESEL FUELS FROM FURFURYL ALCOHOL AND SPENT COFFEE GROUNDS Repository Citation Raley, Amanda, ‘SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF BIODIESEL FUELS FROM FURFURYL ALCOHOL AND SPENT COFFEE GROUNDS’ (2018). Electronic These.”

Setiowati, Rini, Amilia Linggawati, Mahasiswa S Program, and Bidang Kimia Fisika Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Kampus Bina Widya Pekanbaru. 2014. “PRODUKSI BIODISEL DARI MINYAK GORENG BEKAS MENGGUNAKAN KATALIS CaO

CANGKANG KERANG DARAH KALSINASI 900 °C.” *JOM FMIPA*. Vol. 1.

Sharma, Swati, Varun Saxena, Anupriya Baranwal, Pranjali Chandra, and Lalit Mohan Pandey. 2018. “Engineered Nanoporous Materials Mediated Heterogeneous Catalysts and Their Implications in Biodiesel Production.” *Materials Science for Energy Technologies* 1 (1): 11–21. <https://doi.org/10.1016/j.mset.2018.05.002>.

Sharma, Yogesh C, Bhaskar Singh, and John Korstad. 2011. “Latest Developments on Application of Heterogenous Basic Catalysts for an Efficient and Eco Friendly Synthesis of Biodiesel: A Review.” *Fuel* 90: 1309–24. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2010.10.015>.

Silva, Vânia, Teresa M Mata, Nídia SCAetano, and Vânia FM Silva ac. 2012. “Valorization of Coffee Grounds for Biodiesel Production Harvesting and Storage of Solar Energy-Sustainability Evaluation View Project Biowaste Treatment and Valorisation View Project Nídia Sá Caetano Polytechnic Institute of Porto Valorization of Coffee Grounds for Biodiesel Production.” In . Vol. 26. <https://doi.org/10.3303/CET1226045>.

Simanihuruk, Kiston dan J. Sirait. 2010. “Silase Kulit Buah Kopi Sebagai Pakan Dasar Pada Kambing Boerka Sedang Tumbuh (Coffee Pulp Silages as Basal Feed for Boerka Goats on Growth Phase).” *Seminar Nasional Teknologi*

Peternakan Dan Veteriner, 557–66.

- Sistani, Aliakbar, Naser Saghatoleslami, and Hamed Nayebzadeh. 2018. "Influence of Calcination Temperature on the Activity of Mesoporous CaO/TiO₂-ZrO₂ Catalyst in the Esterification Reaction." *Journal of Nanostructure in Chemistry* 8 (3): 321–31. <https://doi.org/10.1007/s40097-018-0276-3>.
- Siswani, Endang Dwi, Susila Kristianingrum, and Tohari. 2015. "PADA VARIASI LAMA PENGADUKAN PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI SYNTHESIS OF BIODIESEL FROM KAPUK SEED OIL (Ceiba Pentandra L) AT VARIATION STIRRING DURATION IN TRANSESTERIFICATION PROCESS" 4 (2): 186–89.
- Subba, Venkata, Rao Ganga, Sayed H R Abdi, Rukhsana I Kureshy, Noor-Ul H Khan, and Hari C Bajaj. 2016. "P-Toluene Sulfonic Acid (PTSA)-MCM-41 as a Green, Efficient and Reusable Heterogeneous Catalyst for the Synthesis of Jasminaldehyde under Solvent-Free Condition." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2016.04.030>.
- Suleman, Nita, Abas, and Mardjan Paputungan. 2019. "Esterifikasi Dan Transesterifikasi Stearin Sawit Untuk Pembuatan Biodiesel." *Jurnal Teknik* 17 (1): 66–77. <https://doi.org/10.37031/jt.v17i1.54>.
- Suprpto, Tikha Reskiani Fauziah, Meiske S. Sangi, Titie Prapti

- Oetami, Imroatul Qoniah, and Didik Prasetyoko. 2016. "Calcium Oxide from Limestone as Solid Base Catalyst in Transesterification of Reutealis Trisperma Oil." *Indonesian Journal of Chemistry* 16 (2): 208–13. <https://doi.org/10.22146/IJC.21165>.
- Susilo, Bambang, Retno Damayanti, and Ni'matul Izza. 2017. *Teknik Bioenergi*. Cetakan 1. Malang: UB Press.
- Syifaaz Zahriyah. 2009. "ESTERIFIKASI ASAM LEMAK BEBAS DALAM MINYAK JELANTAH DENGAN KATALIS TiO_2 /MONTMORILLONIT DAN PENGARUHNYA TERHADAP BIODIESEL YANG DIHASILKAN."
- Tahya, Kartika, Candra Tahya, and Healthy Kainama. 2019. "TRANSESTERIFIKASI MINYAK IKAN PERAK (Mene Maculata) DENGAN KATALIS CaO DARI CANGKANG TELUR AYAM Transesterification of Silver Fish Oil (Mene Maculata) with CaO Catalyst from Chicken Egg Shells." *J. Chem. Res.* Vol. 7.
- Talebian-Kiakalaieh, Amin, Nor Aishah, Saidina Amin, and Hossein Mazaheri. 2013. "A Review on Novel Processes of Biodiesel Production from Waste Cooking Oil." *APPLIED ENERGY* 104: 683–710. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.11.061>.
- Tariq, Muhammad, Saqib Ali, and Nasir Khalid. 2012. "Activity of Homogeneous and Heterogeneous Catalysts, Spectroscopic and Chromatographic Characterization of Biodiesel: A

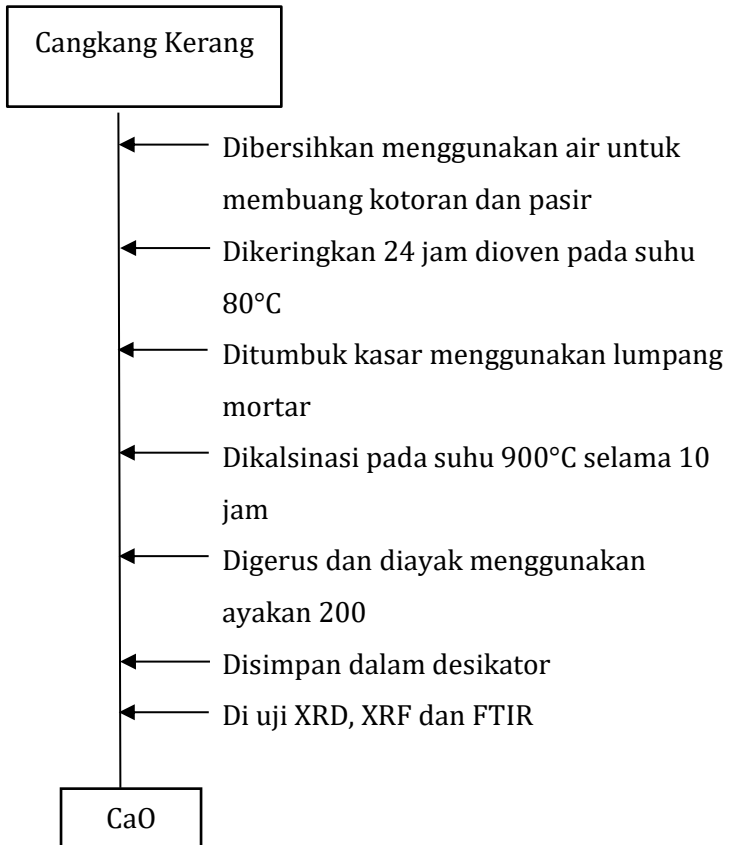
- Review." *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 16: 6303–16. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2012.07.005>.
- Towaha, Juniaty, and Balittri. 2014. "Ampas Kopi Sebagai Bahan Baku Alternatif Biodiesel." *Pusat Penelitian Dan Pengembangan Perkebunan* 6 (3).
- Triyono. 2009. *Kimia Katalis*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Tshizanga, Ngoya. 2015. *A STUDY OF BIODIESEL PRODUCTION FROM WASTE VEGETABLE OIL USING EGGSHELL ASH AS A HETEROGENEOUS CATALYST* by NGOYA TSHIZANGA.
- Unggul, Universitas Esa. 2012. "Universitas Esa Unggul." *Esa Unggul*, 1–13. <https://www.esaunggul.ac.id/overview/>.
- Usman Ediar, Bambang Priyambodo, Dedi Irawan, Inna Kurniati, and Eka Septiyadi. 2020. *Buku Bauran Energi Nasional 2020*. Jakarta Selatan: Dewaan Energi Nasional.
- Wahyuni, Sri, and Sri Kadarwati. 2011. "SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH SEBAGAI SUMBER ENERGI ALTERNATIF SOLAR." *Saintekno! Jurnal Sains Dan Teknologi* 9: 51–62. <https://doi.org/10.15294/saintekno!.v9i1.5525>.
- Wang, Jun, Shuangshuang Gu, N A Pang, Fangqin Wang, and Fuan Wu. 2013. "A Study of the Esterification of Caffeic Acid with Methanol Using P-Toluenesulfonic Acid as a Catalyst." *J. Serb. Chem. Soc* 78 (7): 1023–34. <https://doi.org/10.2298/JSC120802101W>.

- Wang, Yi Tong, Zhen Fang, Xing Xia Yang, Ya Ting Yang, Jia Luo, Kun Xu, and Gui Rong Bao. 2018. "One-Step Production of Biodiesel from Jatropha Oils with High Acid Value at Low Temperature by Magnetic Acid-Base Amphoteric Nanoparticles." *Chemical Engineering Journal* 348: 929–39. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.05.039>.
- Weng, Xuefei, Yi Cui, Shamil Shaikhutdinov, and Hans Joachim Freund. 2019. "CO₂ Adsorption on CaO(001): Temperature-Programmed Desorption and Infrared Study." Research-article. *Journal of Physical Chemistry C* 123 (3): 1880–87. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.8b11415>.
- Wulancahayani, Entang, and Lydia Rohmawati. 2020. "ANALISIS UKURAN KRISTALIN SERBUK CaCO₃ /MgO HASIL KALSINASI DOLOMIT." *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)* Volume 09: 21–24.
- Xie, Wenlei, and Dong Yang. 2011. "Silica-Bonded N-Propyl Sulfamic Acid Used as a Heterogeneous Catalyst for Transesterification of Soybean Oil with Methanol." *Bioresource Technology* 102 (20): 9818–22. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.08.001>.
- Yoghiati, Chusnana Insjaf. 2015. "Batu Kapur Druju Sebagai Katalis Biodiesel." *SEMINAR NASIONAL FISIKA DAN PEMBELAJARANNYA 2015*, 25–28.

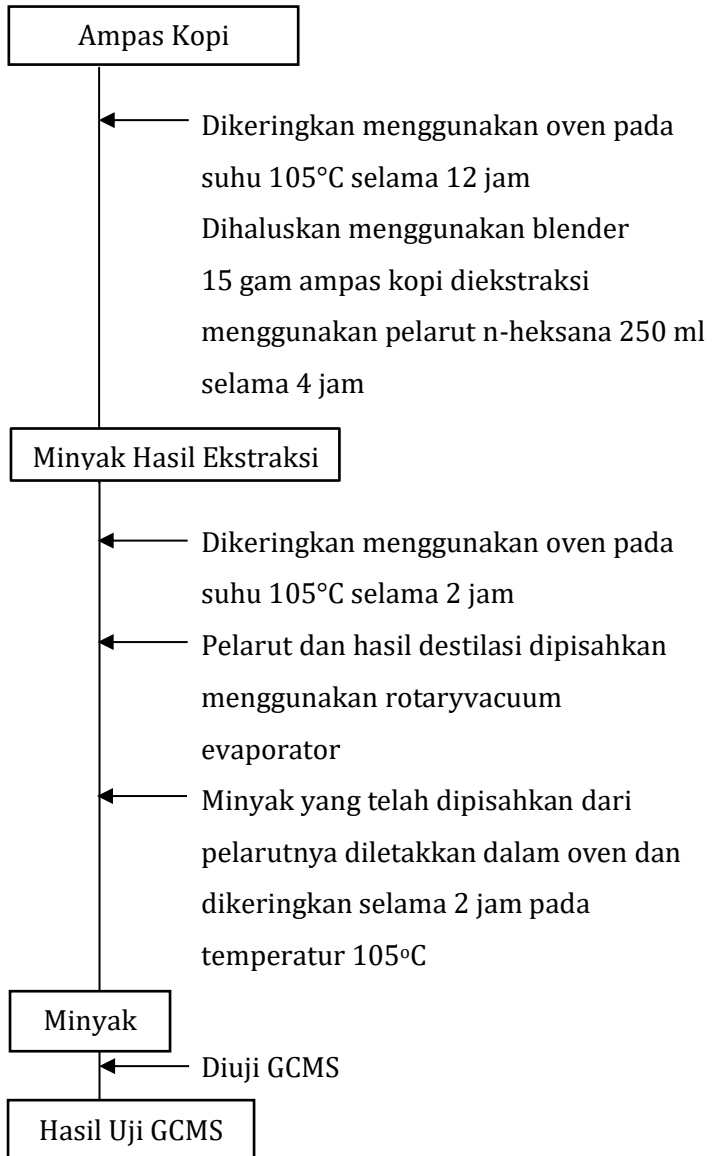
LAMPIRAN

Lampiran 1: Diagram Alir Prosedur Kerja

A. Sintesis CaO dari Cangkang Kerang Darah

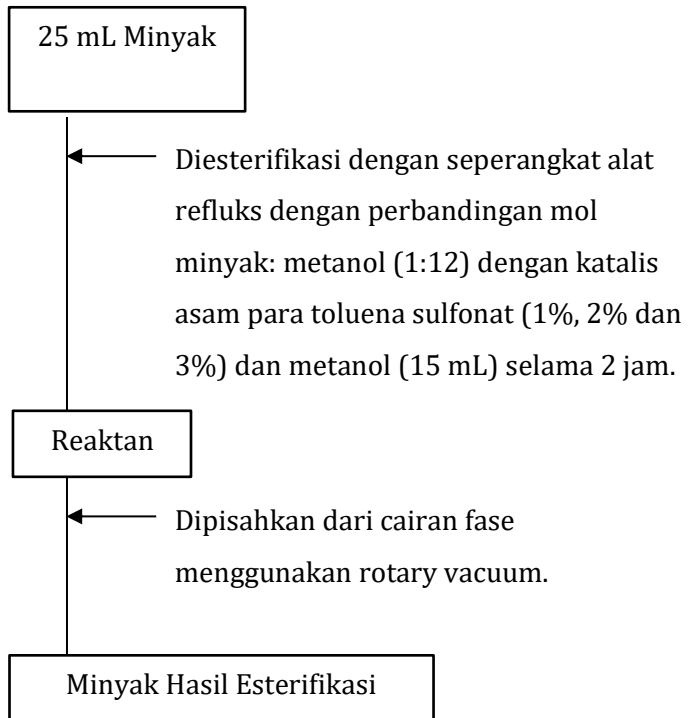


B. Preparasi Ampas Kopi

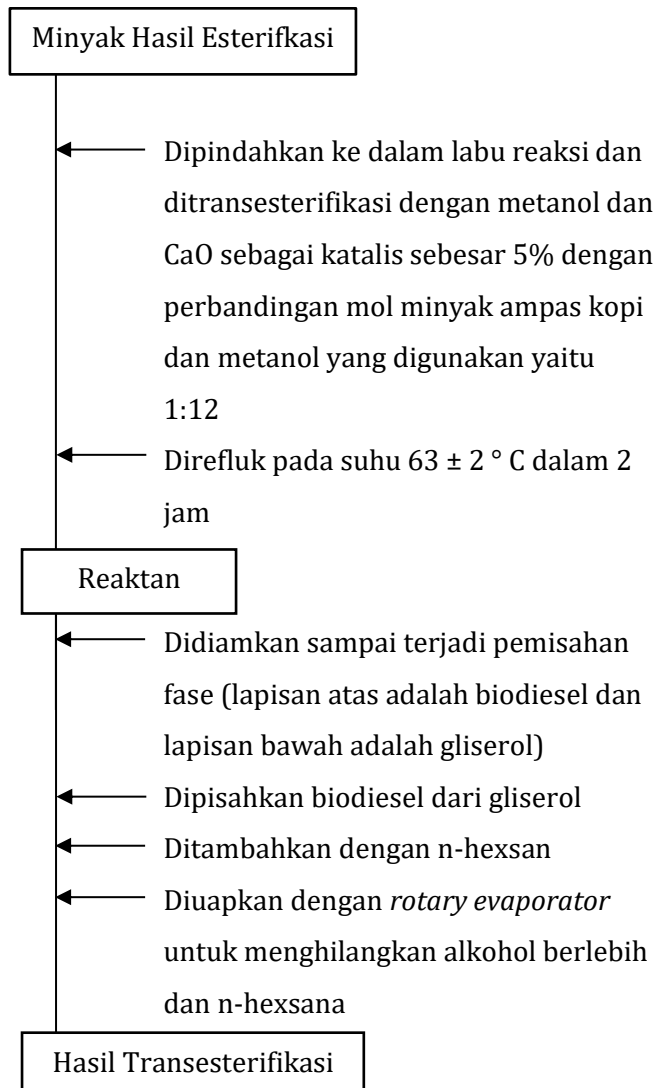


C. Sintesis Biodiesel

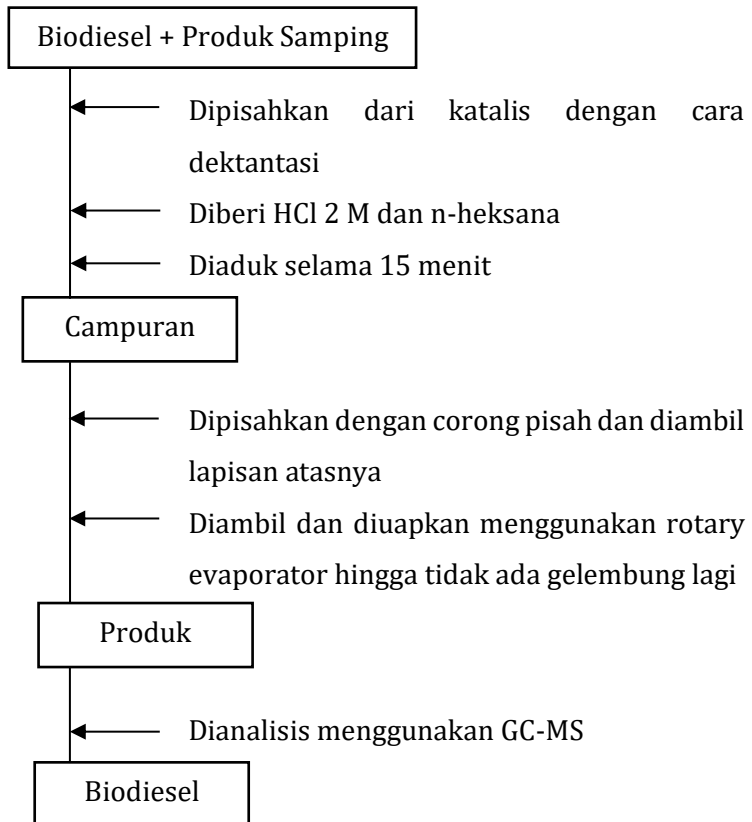
1. Reaksi Esterifikasi



2. Reaksi Transesterifikasi

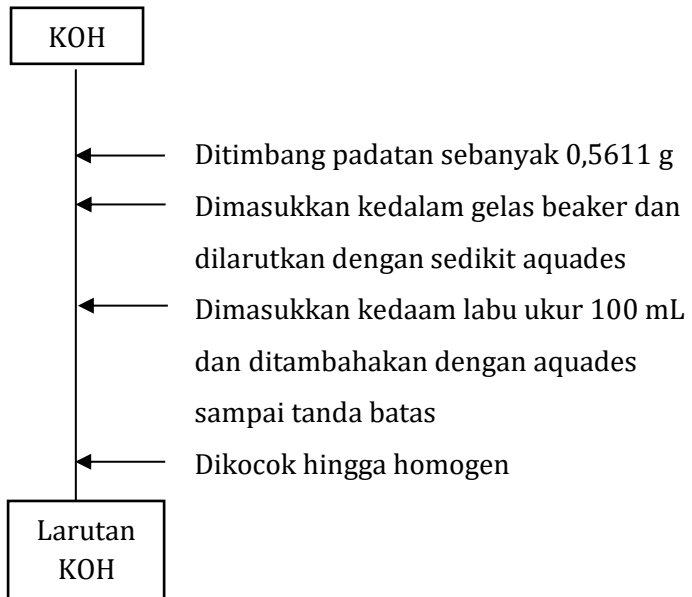


D. Pemisahan Biodiesel dengan Produk Samping

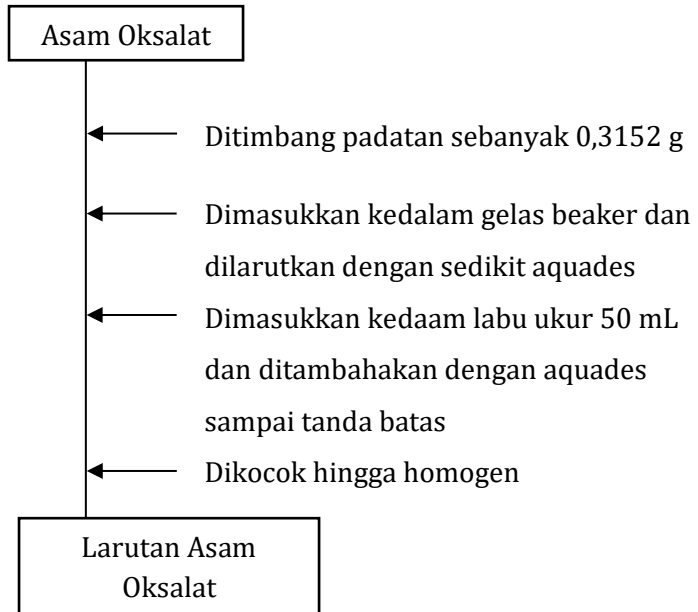


E. Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam

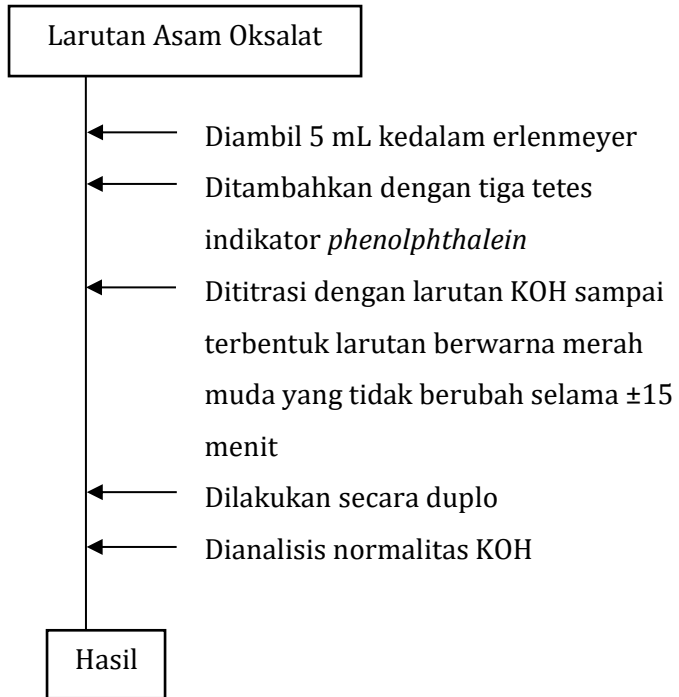
1. Pembuatan Larutan KOH



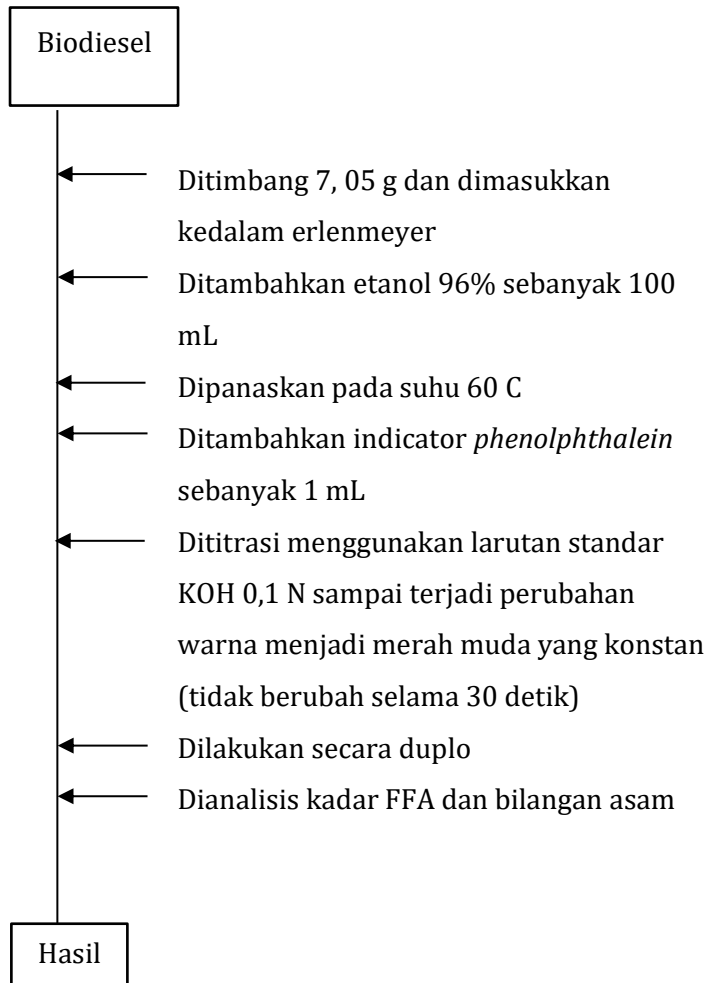
2. Pembuatan Larutan Baku Asam Oksalat



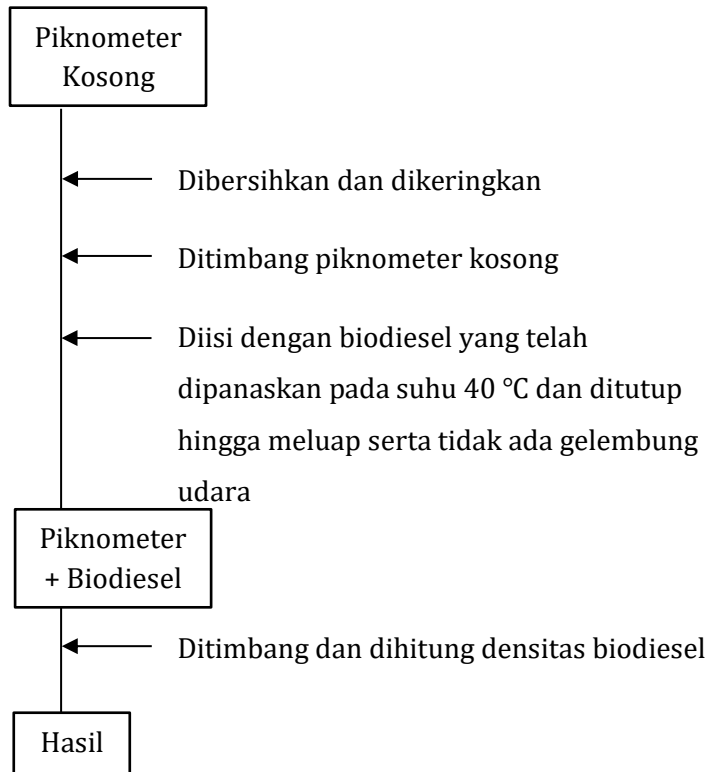
3. Standarisasi KOH



5. Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam Biodiesel



F. Penentuan Densitas



Lampiran 2: Analisis Data

A. Presentase Hasil Ekstraksi

$$\text{Hasil Ekstraksi (\%)} = \frac{\text{Berat minyak}}{\text{Berat sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{8,03}{75} \times 100 \%$$

$$= 10,70 \%$$

B. Perhitungan Rasio Mol Minyak: Metanol

➤ Berat molekul minyak kopi

$$\text{BM H} = 1,00794 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM C} = 12,0107 \text{ g/mol}$$

Komposisi asam lemak bebas dalam minyak kopi:

- Palmitat (40-46%) 256,42 g/mol
- Oleat (30-45%) 282,45 g/mol
- Linoleat (7-11%) 280,44 g/mol
- Arakidat 321,52 g/mol
- Sterarat 284,47 g/mol
- BM ALB Rata-rata (\bar{X}) 285,06 g/mol

$$\begin{aligned} \text{BM} &= (3 \times \bar{X} - 3 \times \text{BM H}) + (3 \times \text{BM C} + 5 \times \text{BM H}) \\ &= (3 \times 285,06 - 3 \times 1,00794) + (3 \times 12,0321 + 5 \times 1,00794) \\ &= (855,18 - 3,02382) + (36,0321 + 5,0397) \end{aligned}$$

$$= 852,15618 + 41,0718$$

$$= 893,22798 \text{ g/mol}$$

➤ Massa minyak kopi 25 gam

- BM minyak kopi = 893,22798 g/mol

- ρ minyak habis pakai = 0,9366 g/ml

- BM metanol = 32,04 g/mol

- ρ metanol = 0,7918 g/ml

➤ Perbandingan mol minyak: metanol (1:12)

- Mol minyak

$$\begin{aligned} \text{Mol} &= \frac{\text{massa}}{\text{BM}} \\ &= \frac{25 \text{ gr}}{893,22798 \text{ gr/mol}} \end{aligned}$$

$$= 0,0278 \text{ mol}$$

- Mol metanol

$$\begin{aligned} \text{Mol Metanol} &= \text{Mol Minyak} \times 12 \\ &= 0,0278 \times 12 \\ &= 0,3336 \end{aligned}$$

- Volume metanol

$$\begin{aligned} \text{Massa Metanol} &= \text{mol} \times \text{BM} \\ &= 0,3336 \text{ mol} \times 32,04 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 10,6885 \text{ gr} \end{aligned}$$

- Volume metanol

$$Volume = \frac{massa}{\rho}$$

$$= \frac{10,6885 \text{ gr}}{0,7918 \text{ gr/ml}} = 13,50 \text{ mL}$$

- Konsentrasi berat katalis PTSA (% berat minyak)

$$\text{Berat katalis PTSA 1 \%} = \frac{1}{100} \times 25 = 0,25 \text{ gr}$$

$$\text{Berat katalis PTSA 2 \%} = \frac{2}{100} \times 25 = 0,50 \text{ gr}$$

$$\text{Berat katalis PTSA 3 \%} = \frac{3}{100} \times 25 = 0,75 \text{ gr}$$

- Konsentrasi berat katalis CaO (% berat minyak)

$$\text{Berat katalis CaO 5 \%} = \frac{5}{100} \times 25 = 1,25 \text{ gr}$$

C. Analisis kadar FFA dan Bilangan Asam

- Pembuatan Larutan KOH 0,1 N

$$\text{BM} = 56,11 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 1$$

$$\text{Volume} = 100 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BE \times val}$$

$$BE = \frac{BM}{Val}$$

$$= \frac{56,11 \text{ gr/mol}}{1}$$

$$= 56,11 \text{ gr/mol}$$

$$m = N \times BE \times V$$

$$= 0,1 \times 56,11 \frac{gr}{mol} \times 0,1 L$$

$$= 0,5611 gr$$

- Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,1 N

$$BM = 126,07 \text{ g/mol}$$

$$\text{Valensi} = 2$$

$$\text{Volume} = 50 \text{ mL}$$

$$N = \frac{m}{BE \times val}$$

$$BE = \frac{BM}{Val}$$

$$= \frac{126,07 \text{ gr/mol}}{2}$$

$$= 63,035 \text{ gr/mol}$$

$$m = N \times BE \times V$$

$$= 0,1 \times 63,035 \frac{gr}{mol} \times 0,05 \text{ mL}$$

$$= 0,3152 \text{ gr}$$

- Standarisasi KOH 0,1 N dengan Asam Oksalat 0,1 N

$$V \text{ as. Oksalat} = 10 \text{ ml}$$

$$N \text{ as. Oksalat} = 0,1 \text{ N}$$

	V KOH (ml)
1	12,00
2	11,70
\bar{V}	11,85

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$10 \times 0,1 = 11,85 \times N_2$$

$$N_2 = 0,0843 \text{ N}$$

➤ Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam Minyak Kopi

$$N \text{ KOH} = 0,0843 \text{ N}$$

$$BM \text{ Minyak} = 893,22798 \text{ g/mol}$$

$$\text{Berat Minyak} = 2 \text{ g}$$

	V KOH (mL)
1	1,8
2	1,6
\bar{V}	1,7

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM \text{ Minyak}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{1,7 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 893,22798 \text{ gr/mol}}{10 \times 2 \text{ gr}} \\
 &= 6,4004 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bil Asam} &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{\text{Berat Sampel}} \\
 &= \frac{1,7 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}} \\
 &= 4,020 \text{ mg} - \text{KOH/gr}
 \end{aligned}$$

➤ Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam Minyak
Sesudah Esterifikasi

$$N \text{ KOH} = 0,0843 \text{ N}$$

$$BM \text{ Minyak} = 893,22798 \text{ g/mol}$$

$$\text{Berat Minyak} = 2 \text{ g}$$

1) Berat Katalis PTSA 1 %

	V KOH (mL)
1	1,1
2	0,9
\bar{V}	1,0

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM \text{ Minyak}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{1,0 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 893,22798 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}{10 \times 2 \text{ gr}} \\
 &= 3,7649 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bil Asam} &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{\text{Berat Sampel}} \\
 &= \frac{1,0 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}} \\
 &= 2,3650 \text{ mg} - \text{KOH/gr}
 \end{aligned}$$

2) Berat Katalis PTSA 2 %

	V KOH (mL)
1	0,3
2	0,4
\bar{V}	0,35

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM \text{ Minyak}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{0,35 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 893,22798 \text{ gr/mol}}{10 \times 2 \text{ gr}} \\
 &= 1,3177 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bil Asam} &= \frac{VKOH \times N KOH \times Mr KOH}{\text{Berat Sampel}} \\
 &= \frac{0,35 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}} \\
 &= 0,8277 \text{ mg} - KOH / \text{gr}
 \end{aligned}$$

3) Berat Katalis PTSA 3 %

	V KOH (mL)
1	0,6

2	0,6
\bar{V}	0,6

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM \text{ Minyak}}{10 \times \text{Berat Sempel}} \\
 &= \frac{0,6 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 893,22798 \text{ gr/mol}}{10 \times 2 \text{ gr}} \\
 &= 2,2589 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Bil Asam} &= \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{\text{Berat Sampel}} \\
 &= \frac{0,6 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}} \\
 &= 1,4190 \text{ mg} - \text{KOH/gr}
 \end{aligned}$$

➤ Analisis Kadar FFA dan Bilangan Asam Biodiesel

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 1 % dan CaO 5 %

Berat Biodiesel = 2 g

	V KOH (mL)
1	0,7
2	0,7
\bar{V}	0,7

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V\ KOH \times N\ KOH \times BM\ Minyak}{10 \times Berat\ Sempel} \\
 &= \frac{0,7\ mL \times 0,0843\ N \times 893,22798\ gr/mol}{10 \times 2\ gr} \\
 &= 2,6354\ \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 Bil\ Asam &= \frac{VKOH \times N KOH \times MrKOH}{Berat\ Sampel} \\
 &= \frac{0,7\ mL \times 0,0843\ N \times 56,11\ gr/mol}{2\ gr} \\
 &= 1,6555\ mg - KOH/gr
 \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 2 % dan CaO 5 %

Berat Biodiesel = 2 g

	V KOH (mL)
1	0,4
2	0,4
\bar{V}	0,4

$$\begin{aligned}
 FFA &= \frac{V\ KOH \times N\ KOH \times BM\ Minyak}{10 \times Berat\ Sempel} \\
 &= \frac{0,4\ mL \times 0,0843\ N \times 893,22798\ gr/mol}{10 \times 2\ gr} \\
 &= 1,5059\ \%
 \end{aligned}$$

$$Bil\ Asam = \frac{VKOH \times N KOH \times MrKOH}{Berat\ Sampel}$$

$$= \frac{0,4 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}}$$

$$= 0,9460 \text{ mg} - \text{KOH/gr}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 3 % dan CaO 5 %

Berat Biodiesel = 2 g

	V KOH (mL)
1	0,5
2	0,5
\bar{V}	0,5

$$FFA = \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM \text{ Minyak}}{10 \times \text{Berat Sempel}}$$

$$= \frac{0,5 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 893,22798 \text{ gr/mol}}{10 \times 2 \text{ gr}}$$

$$= 1,8824 \%$$

$$Bil \text{ Asam} = \frac{VKOH \times N KOH \times Mr KOH}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,5 \text{ mL} \times 0,0843 \text{ N} \times 56,11 \text{ gr/mol}}{2 \text{ gr}}$$

$$= 1,1825 \text{ mg} - \text{KOH/gr}$$

➤ Konversi FFA Biodiesel

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 1 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi FFA} &= \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \\
 &= \frac{6,4004 - 2,6354}{6,4004} \times 100\% \\
 &= 58,82 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 2 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi FFA} &= \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \\
 &= \frac{6,4004 - 1,5059}{6,4004} \times 100\% \\
 &= 76,47 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 3 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Konversi FFA} &= \frac{a_1 - a_2}{a_1} \times 100\% \\
 &= \frac{6,4004 - 1,8824}{6,4004} \times 100\% \\
 &= 70,58 \%
 \end{aligned}$$

➤ Analisis Densitas Minyak

- Minyak Hasil Ekstraksi

$$m_b = 11,89 \text{ g}$$

$$m_o = 7,25 \text{ g}$$

$$v = 5 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{(m_b - m_o)}{v}$$

$$= \frac{(11,89 \text{ gr} - 7,25)}{5 \text{ mL}}$$

$$= 0,928 \text{ gr/mL}$$

➤ Analisis Densitas Biodiesel

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 1 % dan CaO 5 %

$$m_b = 20,81 \text{ g}$$

$$m_o = 11,29 \text{ g}$$

$$v = 10 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{(m_b - m_o)}{v}$$

$$= \frac{(20,81 \text{ gr} - 11,29)}{10 \text{ mL}}$$

$$= 0,843 \text{ gr/mL}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 2 % dan CaO 5 %

$$m_b = 21,32 \text{ g}$$

$$m_o = 11,29 \text{ g}$$

$$v = 10 \text{ mL}$$

$$\rho = \frac{(m_b - m_o)}{v}$$

$$= \frac{(21,32 \text{ gr} - 11,29)}{10 \text{ mL}}$$

$$= 0,888 \text{ gr/mL}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 3 % dan CaO 5 %

$$m_b = 21,52 \text{ g}$$

$$m_o = 11,29 \text{ g}$$

$$v = 10 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned}
 \rho &= \frac{(m_b - m_o)}{v} \\
 &= \frac{(21,52 \text{ gr} - 11,29)}{10 \text{ mL}} \\
 &= 0,906 \text{ gr/mL}
 \end{aligned}$$

D. Analisis Yield Biodiesel dan % FAME

➤ Yield Biodiesel

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 1 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Yield} &= \frac{(\rho \text{ biodiesel}) \times (V \text{ biodiesel})}{\text{massa minyak}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,843 \times 8,5}{25} \times 100\% \\
 &= 28,66 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 2 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Yield} &= \frac{(\rho \text{ biodiesel}) \times (V \text{ biodiesel})}{\text{massa minyak}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,888 \times 10}{25} \times 100\% \\
 &= 35,52 \%
 \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 3 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned}
 \text{Yield} &= \frac{(\rho \text{ biodiesel}) \times (V \text{ biodiesel})}{\text{massa minyak}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,906 \times 9,5}{25} \times 100\% \\
 &= 34,43 \%
 \end{aligned}$$

➤ % FAME

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 1 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned} FAME &= \frac{\text{Jumlah Luas Area FAME}}{\text{Jumlah Luas Area Total}} \times 100\% \\ &= \frac{99302645}{139096787} \times 100\% \\ &= 71,39 \% \end{aligned}$$

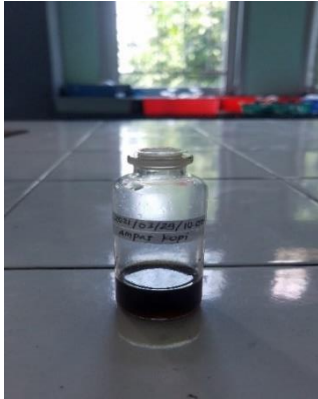
- Biodiesel Terkatalisis PTSA 2 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned} FAME &= \frac{\text{Jumlah Luas Area FAME}}{\text{Jumlah Luas Area Total}} \times 100\% \\ &= \frac{315253981}{370605672} \times 100\% \\ &= 85,06 \% \end{aligned}$$

- Biodiesel Terkatalisis PTSA 3 % dan CaO 5 %

$$\begin{aligned} FAME &= \frac{\text{Jumlah Luas Area FAME}}{\text{Jumlah Luas Area Total}} \times 100\% \\ &= \frac{156363555}{189005074} \times 100\% \\ &= 82,72 \% \end{aligned}$$

Lampiran 3: Dokumentasi Penelitian



Minyak Hasil
Ekstraksi



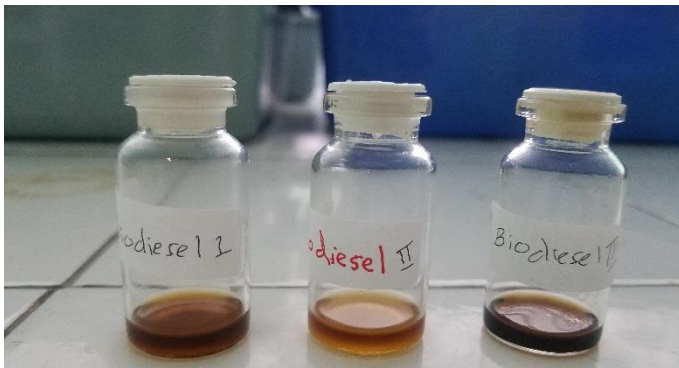
Sintesis
Biodiesel



Terbentuknya
Dua Fase



Hasil Titiasi



Hasil Biodiesel

DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Nama Lengkap : Robit Ikhwan
Tempat, Tgl Lahir : Kendal, 22 Mei 1999
NIM : 1708036011
Jenis Kelamin : Laki-laki
Agama : Islam
Alamat : Krajan RT 02 RW 02 Desa
Pekuncen Kec. Pegandon
Kab. Kendal
E-mail : robitikhwan372@gmail.com
No. Telp/HP : 083824334896

Riwayat Pendidikan

Formal

1. SD N PEKUNCEN
2. SMP N 01 GEMUH
3. SMA N 01 PEGANDON
4. UIN WALISONGO SEMARANG

Non Formal

1. Pondok Pesantren Wasilatul Huda Tamangede Gemuh
Kendal